

Министерство здравоохранения и социального развития РФ  
ГБОУ ВПО Уральская государственная медицинская академия  
Кафедра фармации

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ И МАТЕРИАЛЫ  
ПО ФАРМАЦЕВТИЧЕСКОЙ ХИМИИ**

(для практических занятий № 10-13 у студентов 3 курса)

Екатеринбург  
2011

УДК 615.011:615.074

Методические указания и материалы по фармацевтической химии (для практических занятий № 10-13 у студентов 3 курса). – Екатеринбург: УГМА, 2011. – 146 с.

**ISBN 978-589895-495-6**

Учебно-методическое пособие предназначено для подготовки к практическим занятиям № 10-13 (5 семестр) по фармацевтической химии студентов 3 курса очного отделения фармацевтического факультета.

Составители: проф. Петров А.Ю., доц. Зырянов В.А., асс. Кинев М.Ю.

Ответственный редактор проф. Петров А.Ю.

Рецензенты:

доктор фармацевтических наук профессор Вергейчик Е.Н.

доктор химических наук профессор Тхай В.Д.

доктор химических наук профессор Бакулев В.А.

ISBN 978-589895-495-6

© УГМА, 2011.

## Содержание

1. «Общие реакции на подлинность неорганических лекарственных препаратов по катионам и анионам» (занятие № 10) . . . . .	5
1.1. Методические указания для студентов . . . . .	5
1.2. Теоретический материал . . . . .	9
1.3. Лабораторная работа № 1 по теме № 10 . . . . .	23
Приложение . . . . .	34
2. «Фармакопейный анализ препаратов: водорода пероксида, натрия тиосульфата и натрия нитрита. Йодометрия. Перманганатометрия» (занятие № 11) . . . . .	47
2.1. Методические указания для студентов . . . . .	47
2.2. Теоретический материал . . . . .	52
2.2.1. Раствор перекиси водорода, магния перекись, гидроперит . . . . .	52
2.2.2. Натрия тиосульфат . . . . .	52
2.2.3. Натрия нитрит . . . . .	57
2.2.4. Йодометрия (йодометрическое титрование) . . . . .	58
2.2.5. Перманганатометрическое титрование (перманганатометрия) . . . . .	60
2.3. Лабораторные работы по теме № 11 . . . . .	68
2.3.1. Лабораторная работа № 1 по теме № 11 . . . . .	68
2.3.1. Лабораторная работа № 2 по теме № 11 . . . . .	71
2.3.1. Лабораторная работа № 3 по теме № 11 . . . . .	77
Приложение . . . . .	81
3. «Фармакопейный анализ лекарственных препаратов: натрия тетрабората и борной кислоты. Метод КОТ» (занятие № 12) . . . . .	96
3.1. Методические указания для студентов . . . . .	96
3.2. Теоретический материал . . . . .	100
3.2.1. Препараты бора: кислота борная и натрия тетраборат . . . . .	100
3.2.2. Метод кислотно-основного титрования (КОТ) (метод нейтрализации) . . . . .	102
3.3. Лабораторные работы по теме № 12 . . . . .	106
3.3.1. Лабораторная работа № 1 по теме № 12 108 . . . . .	106
3.3.2. Лабораторная работа № 2 по теме № 12 114 . . . . .	112
Приложение . . . . .	117

4. «Теоретический зачет. Общие реакции на подлинность неорганических лекарственных препаратов по катионам и анионам. Фармакопейный анализ препаратов: водорода пероксида, натрия тиосульфата и натрия нитрита. Йодометрия. Перманганатометрия. Фармакопейный анализ препаратов: натрия тетрабората и борной кислоты. Метод КОТ. Лекционный материал» (занятие № 13).	128
4.1. Методические указания для студентов	128
Приложение.	129
Список использованной литературы.	144

# **1. Тема: «Общие реакции на подлинность неорганических лекарственных препаратов по катионам и анионам» (занятие № 10)**

Установление подлинности неорганических лекарственных веществ основано на обнаружении с помощью химических реакций катионов и анионов, входящих в состав препарата. Результаты испытания устанавливают по характерным признакам: появлению осадка, окрашиванию, запаху, выделению газа, или по исчезновению какого-либо характерного признака исходных продуктов. Освоение способов выполнения характерных реакций для определения катионов и анионов позволяет установить подлинность неорганических лекарственных препаратов.

## **1.1. Методические указания для студентов**

### **1.1.1. Самоподготовка к занятию.**

#### **1.1.1.1. В процессе самоподготовки необходимо изучить:**

- состав и название реактивов, используемых для обнаружения соответствующих катионов и анионов неорганических препаратов;
- химические реакции, используемые для обнаружения катионов неорганических препаратов;
- химические реакции, используемые для обнаружения анионов неорганических препаратов;
- зависимость результата реакции от условий ее проведения;
- определение катионов по окраске бесцветного пламени.

#### **1.1.1.2. План самоподготовки:**

Для овладения указанными знаниями студент должен изучить:

- материал лекций по теме занятия;
- теоретический материал данной методички;
- разделы рекомендуемой литературы.

#### **1.1.1.3. Рекомендуемая литература:**

А) Обязательная:

1. Беликов В.Г. Фармацевтическая химия. В 2 ч.: Ч.1. Общая фармацевтическая химия; Ч.2. Специальная фармацевтическая химия: Учеб. для вузов. – Пятигорск, 2003.
2. Лабораторные работы по фармацевтической химии: Учебное пособие/Беликов В.Г., Вергейчик Е.Н., Компанцева Е.В., Куль И.Я., Лукьянчикова Г.И., Саушкина А.С., Тираспольская С.Г. /под ред.

Е.Н. Вергейчика, Е.В. Компанцевой. – 2-е изд., перераб. и доп. – Пятигорск, 2003.

3. Государственная фармакопея СССР, 11-е изд. Вып. 1. Общие методы анализа. - М.: Медицина, 1987.
4. Государственная фармакопея РФ XII/ "Издательство "Научный центр экспертизы средств медицинского применения", 2008.

Б) Дополнительная:

5. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии: Учебн. литерат. для студентов фармац. вузов и факультетов. / А.П. Арзамасцев, Э.Н. Аксенова, О.П. Андрианова и др. – М.: Медицина, 2001.
6. Арзамасцев А.П. Фармакопейный анализ. – М.: Медицина, 1971.

#### **1.1.1.4. Контрольные вопросы:**

1. Чем обусловлена необходимость объединения в одной общей статье ГФ XI методик испытания подлинности анионов и катионов?
2. Какие химические реакции происходят при выполнении реакции образования «серебряного зеркала»?
3. С помощью каких химических реакций можно отличить галогенид-ионы друг от друга?
4. С помощью каких реакций можно идентифицировать сульфит-ион?
5. С помощью каких химических реакций можно отличить карбонаты от гидрокарбонатов?
6. С помощью каких химических реакций можно идентифицировать ион серебра?
7. Приведите уравнение химической реакции образования нитрозоантипирина. Наличие какого аниона в препарате можно подтвердить этой реакцией?
8. Укажите реактивы и приведите уравнения химических реакций для идентификации солей железа (II).
9. Как можно установить подлинность аммония хлорида? Приведите уравнения химических реакций.
10. Какой анион можно обнаружить с раствором дифениламина?
11. Какие катионы с сульфидом натрия образуют черный, коричнево-черный и белый осадки? Приведите уравнения химических реакций.
12. Приведите уравнение химической реакции обнаружения фосфат-иона с раствором молибдата аммония.
13. С помощью каких химических реакций можно отличить сульфит-ион от сульфат-иона?

14. К какому типу реакций можно отнести реакцию образования «серебряного зеркала»? Приведите уравнения химических реакций.
15. Какие изменения могут происходить с препаратами при нагревании или прокаливании? Приведите примеры.
16. Как проводят обнаружение фосфат-иона?
17. Обнаружение каких анионов проводят по окраске хлороформного слоя? Приведите уравнения химических реакций
18. При обнаружении какого катиона с раствором калия иодида выпадает черный осадок? Какие изменения происходят с осадком при добавлении избытка данного реактива? Напишите уравнения химических реакций.
19. Напишите уравнения химических реакций обнаружения катиона железа (III)? Укажите аналитический эффект реакций.
20. Какой катион с раствором сульфида натрия образует белый осадок? Укажите, в чем растворим данный осадок. Приведите уравнения химических реакций
21. Какие катионы можно обнаружить по окраске бесцветного пламени?
22. Каким реактивом можно провести обнаружение катионов: цинка, меди и серебра? В чем растворимы полученные осадки? Приведите уравнения химических реакций.
23. Какими химическими реакциями можно различить фосфаты, бромиды и иодиды?
24. Можно ли с помощью индикатора различить растворы карбонатов от гидрокарбонатов? Приведите методику и аналитический эффект.
25. Как провести идентификацию препарата магния сульфат?
26. Приведите уравнения химических реакций обнаружения катиона калия? Окрашивает ли соль калия бесцветное пламя?
27. Как можно провести идентификацию препарата кальция хлорид?
28. С помощью каких реакций можно отличить нитрит-ион от нитрат-иона?
29. Приведите уравнения химических реакций обнаружения катиона ртути (II).
30. Какой катион обнаруживают с раствором кобальтинитрита натрия? Приведите уравнения химических реакций и аналитический эффект.
31. Какие реактивы являются групповыми при определении катионов и анионов в неорганических препаратах?
32. Приведите уравнения химических реакций для обнаружения нитрат-иона?

### **1.1.2. Работа на занятии.**

**1.1.2.1. Объекты исследования:** вещества, содержащие катионы и анионы, необходимые для изучения: калия иодид, натрия карбонат (гидрокарбонат), висмута нитрат основной, натрия нитрит, ртути (II) ацетат, натрия арсенат, натрия сульфит, калия бромид, мышьяковистый ангидрид, серебра нитрат, железа (II) сульфат, магния сульфат, натрия сульфат, цинка сульфат, натрия фосфат двузамещенный, аммония хлорид, железа (III) хлорид, кальция хлорид, натрия хлорид.

**1.1.2.2. Цель занятия:** освоить способы выполнения общих реакций установления подлинности неорганических лекарственных веществ.

**1.1.2.2.1. В процессе занятия студент должен закрепить следующие знания:**

- формулы и названия реактивов, характерных для обнаружения катионов и анионов, входящих в состав неорганических лекарственных веществ;

- реакции осаждения анионов и катионов;
- окислительно-восстановительные реакции;
- реакции нейтрализации и разложения анионов;
- изменение окраски бесцветного пламени при внесении катионов;
- изменения, происходящие при нагревании и прокаливании препаратов.

**1.1.2.2.2. В процессе занятия студент должен приобрести следующие практические умения:**

- работать с общими статьями ГФ XI и ГФ XII;
- работать с частными фармакопейными статьями на конкретные лекарственные средства;
- выполнять общие реакции установления подлинности неорганических лекарственных препаратов;
- делать заключение о качестве исследуемого лекарственного вещества по данному показателю.

### **1.1.2.3. План занятия:**

- Проверка подготовленности к занятию:  
по билетам входного контроля (**приложение № 1**);  
по тестовым заданиям (**приложение № 2**);  
методом опроса;  
решением ситуационных задач.
- Коррекция исходного уровня знаний студентов и постановка задач.
- Распределение индивидуальных заданий.
- Самостоятельная работа и оформление протоколов.



- Итоговый контроль.

#### **1.1.2.4. Самостоятельная работа студентов:**

**Задание 1.** Установить подлинность неорганического лекарственного средства по наличию катионов и анионов в соответствии с заданием № 1 (на выбор) лабораторной работы № 1 по теме № 10. Оформить отчет и протокол анализа. Сделать заключение о соответствии / несоответствии лекарственных веществ по данному показателю.

**Задание 2.** Провести сравнительный анализ методик реакций подлинности по фармакопеям мира (по заданию преподавателя).

#### **1.1.2.5. Итоговый контроль:**

Оформленный студентом отчет и протокол анализа проверяется преподавателем.

Студент проходит собеседование по контролю усвоения теоретических вопросов и овладению практическими умениями.

## **1.2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЙ МАТЕРИАЛ**

### **“Общие реакции на подлинность”**

Установление подлинности неорганических лекарственных веществ основано на обнаружении с помощью химических реакций катионов и анионов, входящих в состав их молекул. С точки зрения приемов выполнения испытаний и получаемых при этом результатов выделяют несколько общих способов:

- реакции осаждения (основаны на образовании нерастворимых в воде продуктов реакции, аналитический эффект можно охарактеризовать по окраске или по растворимости осадков в различных растворителях);
- окислительно-восстановительные реакции;
- реакции разложения (основаны на образовании газообразных продуктов, которые можно обнаружить по запаху и по окраске);
- превращения, происходящие при нагревании и прокаливании.

#### **Аммоний**

При нагревании растворов солей аммония с раствором натрия гидроксида выделяется аммиак, который может быть обнаружен по запаху или посинению красной лакмусовой бумаги:



Методика: 1 мл раствора соли аммония (0,002-0,006 г иона аммония) нагревают с 0,5 мл раствора едкого натра; выделяется аммиак, обнаруживаемый по запаху и по посинению влажной красной лакмусовой бумаги.

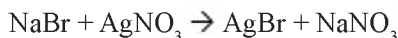
### Бромиды

Бромиды идентифицируют по реакции выделения брома в результате окислительно-восстановительной реакции между бромидом и хлорамином в кислой среде. Выделяющийся в результате реакции бром извлекают хлороформом, в котором он растворяется лучше, чем в воде, окрашивая его в желто-бурый цвет:



Методика: к 1 мл раствора бромидов (0,002-0,03 г иона бромидов) прибавляют 1 мл разведенной хлористоводородной кислоты, 0,5 мл раствора хлорамина, 1 мл хлороформа и взбалтывают; хлороформный слой окрашивается в желто - бурый цвет.

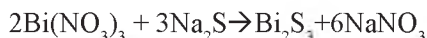
Растворы бромидов с раствором серебра нитрата образуют желтоватый творожистый осадок серебра бромидов, нерастворимый в кислоте азотной и трудно растворимый в растворе аммиака:



Методика: к 2 мл раствора бромидов (0,002-0,01 г иона бромидов) прибавляют 0,5 мл разведенной азотной кислоты и 0,5 мл раствора нитрата серебра; образуется желтоватый творожистый осадок, нерастворимый в разведенной азотной кислоте и трудно растворимый в растворе аммиака

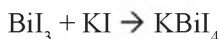
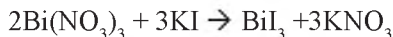
### Висмут

Растворы солей висмута, слегка подкисленные кислотой хлористоводородной, образуют коричневатый осадок с сульфид-ионом, растворимый при прибавлении равного объема концентрированной азотной кислоты.



Методика: препараты висмута (около 0,05 г иона висмута) взбалтывают с 3 мл разведенной хлористоводородной кислоты и фильтруют. К фильтрату прибавляют 1 мл раствора сульфида натрия или сероводорода; образуется коричневатый-черный осадок, растворимый при прибавлении равного объема концентрированной азотной кислоты.

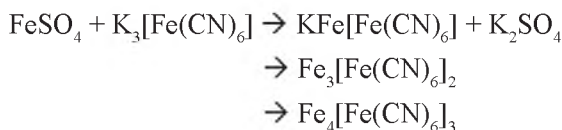
Соли висмута с йодидами щелочных металлов образуют черный осадок, растворимый в избытке реактива с образованием раствора желтовато-оранжевого цвета.



Методика: препараты висмута (около 0,05 г иона висмута) взбалтывают с 5 мл разведенной серной кислоты и фильтруют. К фильтрату прибавляют 2 капли раствора йодида калия; образуется черный осадок, растворимый в избытке реактива с образованием раствора желтовато-оранжевого цвета.

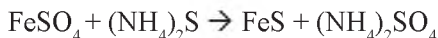
### **Железо закисное (железо (II))**

Растворы солей железа (II) с гексацианоферрат (III)-ионом образуют синий осадок.



Методика: к 2 мл раствора соли закисного железа (около 0,02 г иона железа) прибавляют 0,5 мл разведенной хлористоводородной кислоты и 1 мл раствора феррицианида калия; образуется синий осадок.

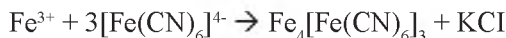
Соли железа (II) образуют с сульфид-ионом черный осадок, растворимый в разведенных минеральных кислотах.



Методика: к раствору соли закисного железа (около 0,02 г иона железа) прибавляют раствор сульфида аммония; образуется черный осадок, растворимый в разведенных минеральных кислотах.

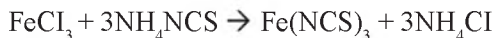
### **Железо окисное (железо (III))**

Растворы солей железа (III) с раствором гексацианоферрата (II) калия образуют синий осадок берлинской лазури:



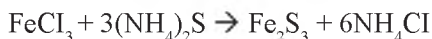
Методика: к 2 мл раствора соли окисного железа (около 0,001 г иона железа) прибавляют 0,5 мл разведенной хлористоводородной кислоты и 1-2 капли раствора ферроцианида калия; образуется синий осадок.

При реакции с тиоцианат-ионом (роданид-ионом) растворы солей железа (III) окрашиваются в красный цвет:



Методика: к 2 мл раствора соли окисного железа (около 0,001 г иона железа) прибавляют 0,5 мл разведенной хлористоводородной кислоты и 1-2 капли раствора роданида аммония; появляется красное окрашивание.

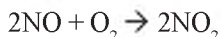
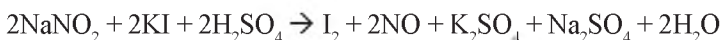
Как соли железа II, соли железа III образуют с сульфид-ионом черный осадок, растворимый в разведенных минеральных кислотах.



Методика: к раствору соли окисного железа (около 0,001 г иона железа) прибавляют раствор сульфида аммония; образуется черный осадок, растворимый в разведенных минеральных кислотах.

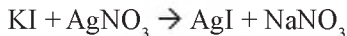
### Йодиды

Йодиды являются выраженными восстановителями. Поэтому слабые окислители выделяют молекулярный йод из йодидов. Йод окрашивает крахмал в синий цвет; раствор йода в хлороформе окрашен в фиолетовый цвет.



Методика: к 2 мл раствора йодида (0,003-0,02 г иона йодида) прибавляют 0,2 мл разведенной серной кислоты, 0,2 мл раствора нитрита натрия или раствора хлорида окисного железа и 2 мл хлороформа; при взбалтывании хлороформный слой окрашивается в фиолетовый цвет.

С раствором серебра нитрата в присутствии кислоты азотной йодиды образуют желтый творожистый осадок, нерастворимый в избытке аммиака:



Методика: к 2 мл раствора йодида (0,002-0,01 г иона йодида) прибавляют 0,5 мл разведенной азотной кислоты и 0,5 мл раствора нитрата серебра; образуется желтый творожистый осадок, нерастворимый в разведенной азотной кислоте и растворе аммиака.

В качестве окислителя в ГФ XI предлагается также применять концентрированную кислоту серную, при действии которой на йодиды при нагревании выделяются фиолетовые пары йода (реакцию проводят под тягой):



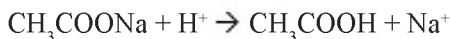
Методика: при нагревании 0,1 г препарата с 1 мл концентрированной серной кислоты выделяются фиолетовые пары йода.

### Калий

Соли калия с раствором кислоты виннокаменной образуют белый кристаллический осадок кислой соли:



Осадок нерастворим в кислоте уксусной. К реакционной смеси добавляют натрия ацетат:

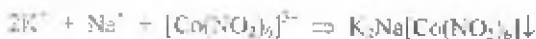


Образованию осадка способствуют добавление спирта 95% и встряхивание пробирки.

Осадок растворим в минеральных кислотах и растворах едких щелочей.

Методика: к 2 мл раствора соли калия (0,01-0,02 г иона калия) прибавляют 1 мл раствора винной кислоты, 1 мл раствора ацетата натрия, 0,5 мл 95% спирта и встряхивают; постепенно образуется белый кристаллический осадок, растворимый в разведенных минеральных кислотах и растворах едких щелочей.

С раствором гексанитрокобальтата (III) натрия соли калия образуют желтый кристаллический осадок гексанитрокобальтата (III) калия, натрия, нерастворимый в кислоте уксусной, растворимый в минеральных кислотах:



Методика: к 2 мл раствора соли калия (0,005-0,01 г иона калия), предварительно прокаленной для удаления солей аммония, прибавляют 0,5 мл разведенной уксусной кислоты и 0,5 мл раствора кобальтинитрита натрия (гексанитрокобальтата (III) натрия); образуется желтый кристаллический осадок гексанитрокобальтата (III) калия, натрия.

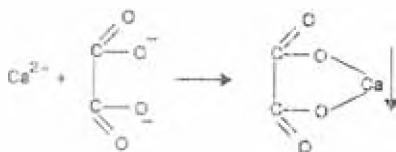
В сильноокислой среде образуется нестойкая кислота гексанитрокобальтовая  $H_3[Co(NO_2)_6]$ , разлагающаяся в момент выделения. В щелочной среде образуется бурый осадок  $Co(OH)_3$ .

Поскольку с данным реактивом образуют осадок и ионы аммония, соль калия предварительно перед проведением реакции прокаливают для удаления солей аммония.

Соль калия, внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в фиолетовый цвет или при рассматривании через синее стекло – в пурпурно-красный.

### Кальций

Растворы солей кальция с оксалат-ионом образуют белый осадок, нерастворимый в уксусной кислоте и растворе аммиака, растворимый в разведенных минеральных кислотах:

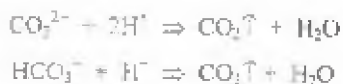


Методика: к 1 мл раствора соли кальция (0,002-0,02 г иона кальция) прибавляют 1 мл раствора оксалата аммония; образуется белый осадок, нерастворимый в разведенной уксусной кислоте и растворе аммиака, растворимый в разведенных минеральных кислотах.

Соль кальция, смоченная хлористоводородной кислотой и внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в кирпично-красный цвет.

### Карбонаты (гидрокарбонаты)

При действии на карбонаты и гидрокарбонаты разведенных кислот появляются пузырьки диоксида углерода вследствие разложения выделяющейся нестойкой кислоты угольной:



При пропускании выделяющегося диоксида углерода через известковую воду образуется осадок кальция карбоната:



Методика: к 0,2 г карбоната (гидрокарбоната) или к 2 мл раствора карбоната (гидрокарбоната) (1:10) прибавляют 0,5 мл разведенной кислоты; выделяется углекислый газ, который образует белый осадок при пропускании через известковую воду.

С насыщенным раствором магния сульфата растворы карбонатов образуют белый осадок:



Методика: к 2 мл раствора карбоната (1:10) прибавляют 5 капель насыщенного раствора сульфата магния; образуется белый осадок (гидрокарбонат образует осадок только при кипячении смеси).

Отличить карбонаты от гидрокарбонатов можно по реакции среды с использованием индикатора – фенолфталеина. Карбонаты и гидрокарбонаты в растворе подвергаются гидролизу:



Карбонаты имеют сильно щелочную реакцию среды в отличие от гидрокарбонатов, в которых происходит, помимо гидролиза, и диссоциация  $\text{HCO}_3^-$  иона.



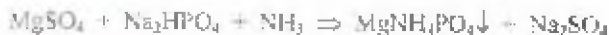
В связи с этим реакция среды растворов гидрокарбонатов становится слабощелочной.

Таким образом, растворы карбонатов окрашивают фенолфталеин в розовый цвет, а растворы гидрокарбонатов не окрашивают.

Методика: раствор карбоната (1:10) при прибавлении 1 капли раствора фенолфталеина окрашивается в красный цвет (отличие от гидрокарбонатов).

### Магний

Соли магния образуют с раствором натрия фосфата в присутствии аммония хлорида белый кристаллический осадок магний – аммоний фосфат, растворимый в разведенных минеральных кислотах и уксусной кислоте:



Для предупреждения образования осадка магния гидроксида к реакционной смеси добавляют аммония хлорид, избыток которого, одна-

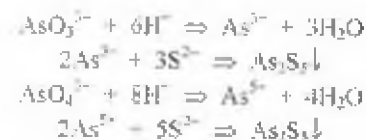
ко, следует избегать вследствие образования растворимых комплексных ионов.

Методика: к 1 мл раствора соли магния (0,002-0,005 г иона магния) прибавляют 1 мл раствора хлорида аммония, 1 мл раствора аммиака и 0,5 мл раствора фосфата натрия; образуется белый кристаллический осадок, растворимый в разведенных минеральных кислотах и уксусной кислоте.

### Мышьяк

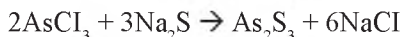
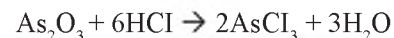
Мышьяк в лекарственных средствах присутствует в виде соединений, в которых степень окисления равна +3 и +5, поэтому в ГФ приводятся реакции на арсениды ( $\text{AsO}_3^{3-}$ ) и арсенаты ( $\text{AsO}_4^{3-}$ ).

В среде кислоты хлороводородной арсениды и арсенаты образуют желтые осадки с сульфид-ионом, нерастворимые в концентрированной кислоте хлороводородной, но образующие растворимые комплексы с раствором аммиака:

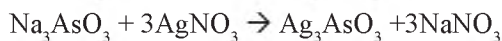
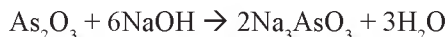


### Арсениды

А. К 0,3 мл раствора соли трехвалентного мышьяка (около 0,03 г иона арсенита) прибавляют 0,5 мл разведенной хлористоводородной кислоты и 2 капли раствора сульфида натрия или сероводорода; образуется желтый осадок, нерастворимый в концентрированной хлористоводородной кислоте, растворимый в растворе аммиака.



Б. К 0,3 мл раствора соли трехвалентного мышьяка (около 0,003 г иона арсенита) прибавляют 1-2 капли раствора нитрата серебра; образуется желтый осадок, растворимый в разведенной азотной кислоте и растворе аммиака.

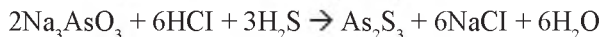
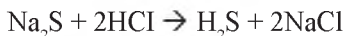


### Арсенаты

А. К 0,3 мл раствора соли пятивалентного мышьяка (около 0,03 г иона арсената) прибавляют 0,5 мл разведенной хлористоводородной



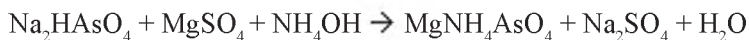
кислоты, 2 капли раствора сульфида натрия или сероводорода и нагревают; образуется желтый осадок, нерастворимый в концентрированной хлористоводородной кислоте, растворимый в растворе аммиака.



Б. К 0,3 мл раствора соли пятивалентного мышьяка (около 0,001 г иона арсената) прибавляют 1-2 капли раствора нитрата серебра; образуется коричневый осадок, растворимый в разведенной азотной кислоте и в растворе аммиака.



В. К 0,3 мл раствора соли пятивалентного мышьяка (около 0,001 г иона арсената) прибавляют по 1 мл растворов хлорида аммония, аммиака и сульфата магния; образуется белый кристаллический осадок, растворимый в разведенной хлористоводородной кислоте (отличие от арсенитов).



### Натрий

Соли натрия образуют желтый кристаллический осадок с цинкуранил-ацетатом.

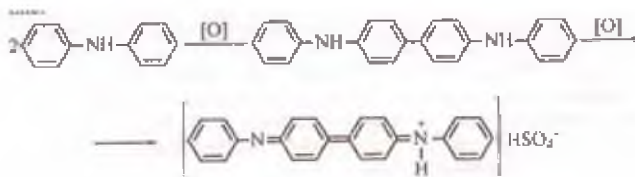


Методика: 1 мл раствора соли натрия (0,01-0,03 г иона натрия) подкисляют разведенной уксусной кислотой, если необходимо, фильтруют, затем прибавляют 0,5 мл раствора цинк – уранил – ацетата; образуется желтый кристаллический осадок. Осадок нерастворим в кислоте уксусной.

Соль натрия, смоченная хлористоводородной кислотой и внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в желтый цвет.

### Нитраты

Общей реакцией на нитраты и нитриты является реакция дифениламином, основанная на окислении этого реактива в среде концентрированной кислоты серной до дифенилдифенохинондиимина гидросульфата, окрашенного в синий цвет. Раствор дифениламина готовится на концентрированной кислоте серной:



Методика: к препарату (около 0,001 г иона нитрата) прибавляют 2 капли раствора дифениламина; появляется синее окрашивание.

Нитраты можно открыть, используя реакцию с концентрированной кислотой серной и металлической медью по выделению бурых паров азота диоксида:

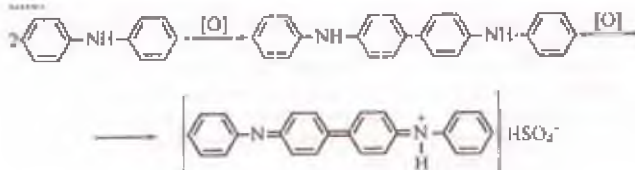


Методика: к препарату (0,002-0,005 г иона нитрата) прибавляют по 2-3 капли воды и концентрированной серной кислоты, кусочек металлической меди и нагревают; выделяются бурые пары двуоксида азота.

Нитраты (около 0,002 г иона нитрата) не обесцвечивают раствор перманганата калия, подкисленный разведенной серной кислотой (отличие от нитритов).

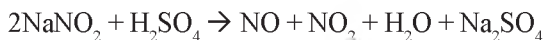
### Нитриты

Нитриты дают реакцию с раствором дифениламина:



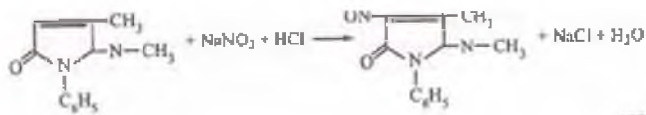
Методика: к препарату (около 0,001 г иона нитрита) прибавляют 2 капли раствора дифениламина; появляется синее окрашивание.

Нитриты являются солями неустойчивой кислоты азотистой. При выделении последней из ее солей она разлагается с выделением характерных газообразных продуктов:



Методика: к препарату (около 0,03 г иона нитрита) прибавляют 1 мл разведенной серной кислоты; выделяются желто - бурые пары (отличие от нитратов).

Нитриты при реакции с антипирином в кислой среде образуют продукт замещения – нитрозоантипирин зеленого цвета:

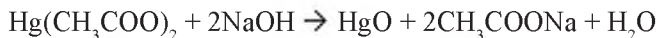


Методика: несколько кристаллов антипирина растворяют в фарфоровой чашке в 2 каплях разведенной хлористоводородной кислоты, прибавляют 2 капли раствора нитрита (около 0,001 г иона нитрита); появляется зеленое окрашивание (отличие от нитратов).

В отличие от нитратов нитриты обесцвечивают раствор калия перманганата.

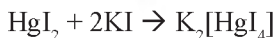
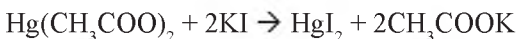
### Ртуть окисная (ртуть (II))

При действии щелочей на водные растворы солей ртути (II) образуется желтый осадок ртути оксида (II):



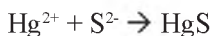
Методика: к 2 мл раствора соли окисной ртути (около 0,05 г иона ртути) прибавляют 0,5 мл раствора едкого натра; образуется желтый осадок ртути оксида (II).

Ион  $\text{Hg}^{2+}$  способен образовывать комплексные соли. При действии калия иодида на раствор ртути (II) хлорида образуется красный осадок ртути (II) йодида, растворимый в избытке реактива с образованием бесцветного раствора калия тетраиодидмеркуриата:



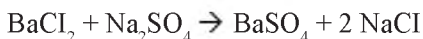
Методика: к 1 мл раствора соли окисной ртути (0,01-0,03 г иона ртути) прибавляют осторожно по каплям раствор йодида калия; образуется красный осадок, растворимый в избытке реактива.

Соли ртути (II) осаждаются сульфид-ионом из водных растворов в виде осадка черного цвета, нерастворимого в кислоте азотной:



### Сульфаты

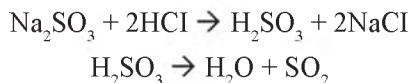
Сульфаты с ионом бария образуют белый осадок, нерастворимый в кислотах и щелочах:



Методика: к 2 мл раствора сульфата (0,005-0,05 г иона сульфата) прибавляют 0,5 мл раствора хлорида бария; образуется белый осадок, нерастворимый в разведенных минеральных кислотах.

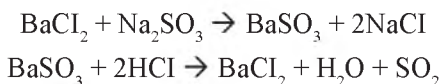
## Сульфиты

Кислота сернистая, являясь неустойчивой, при разложении выделяет сернистый газ, имеющий резкий характерный запах. Это свойство кислоты сернистой используется для обнаружения ее солей – сульфитов, из которых кислоту вытесняют разведенной кислотой хлороводородной:



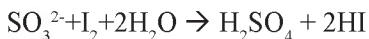
Методика: к 2 мл раствора сульфита (0,01-0,03 г иона сульфита) прибавляют 2 мл разведенной хлористоводородной кислоты и встряхивают; постепенно выделяется сернистый газ, обнаруживаемый по характерному резкому запаху.

С ионами бария сульфиты образуют белый осадок, который в отличие от сульфата бария растворим в разведенной кислоте хлороводородной:



Методика: к 2 мл раствора сульфита (0,002-0,02 г иона сульфита) прибавляют 0,5 мл раствора хлорида бария; образуется белый осадок, растворимый в разведенной хлористоводородной кислоте (отличие от сульфатов).

Сульфиты, являясь восстановителями, обесцвечивают раствор йода:



Методика: при добавлении к раствору сульфита нескольких капель раствора йода (0,1 моль/л) реактив обесцвечивается.

## Тартраты

Тартраты с солями калия образуют белый кристаллический осадок:



Методика: к 1 мл раствора тартрата (около 0,02 г иона тартрата) прибавляют кристаллик хлорида калия, 0,5 мл 95% спирта; образуется белый кристаллический осадок, растворимый в разведенных минеральных кислотах и растворах едких щелочей.

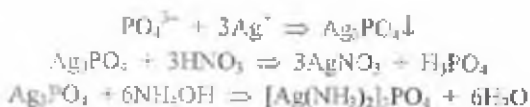
При нагревании тартратов с концентрированной кислотой серной и резорцином появляется вишнево-красное окрашивание вследствие

образования легко окисляющегося продукта конденсации резорцина с карбонильным производным, получающимся в результате взаимодействия тартрата с концентрированной кислотой серной.

Методика: 0,25 мл раствора тартрата (около 0,005 г иона тартрата) нагревают с 1 мл концентрированной серной кислоты и несколькими кристаллами резорцина; через 15-30 с появляется вишнево – красное окрашивание.

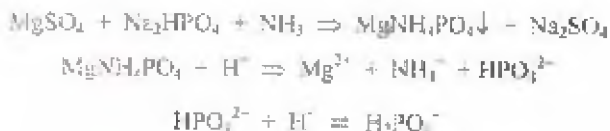
### Фосфаты

Фосфат-ион осаждается из растворов серебра нитратом с образованием желтого осадка, растворимого в кислоте азотной и растворе аммиака:



Методика: к 1 мл раствора фосфата (0,01-0,03 г иона фосфата), нейтрализованного до pH около 7,0, прибавляют несколько капель раствора нитрата серебра; образуется желтый осадок, растворимый в разведенной азотной кислоте и растворе аммиака.

Магнезиальная смесь осаждает из растворов фосфат-ион в виде осадка магний-аммоний фосфата:



Методика: к 1 мл раствора фосфата (0,01-0,03 г иона фосфата) прибавляют 1 мл раствора хлорида аммония, 1 мл раствора аммиака и 0,5 мл раствора сульфата магния; образуется белый кристаллический осадок, растворимый в разведенных минеральных кислотах.

Растворы фосфатов в разведенной кислоте азотной при взаимодействии с аммония молибдатом при нагревании окрашиваются в желтый цвет, затем образуется желтый осадок аммония фосфомолибдата:

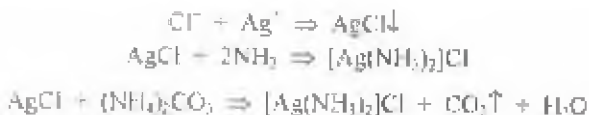


Методика: к 1 мл раствора фосфата (0,01-0,03 г иона фосфата) в разведенной азотной кислоте прибавляют 2 мл раствора молибдата аммо-

ния и нагревают; образуется желтый кристаллический осадок, растворимый в растворе аммиака.

### Хлориды

Растворы хлоридов с серебра нитратом образуют белый творожистый осадок, растворимый в аммиаке, аммония карбонате и нерастворимый в кислоте азотной:



Методика: к 2 мл раствора хлорида (0,002-0,01 г иона хлорида) прибавляют 0,5 мл разведенной азотной кислоты и 0,5 мл раствора нитрата серебра; образуется белый творожистый осадок, нерастворимый в разведенной азотной кислоте и растворимый в растворе аммиака.

Для солей органических оснований испытание растворимости образовавшегося осадка хлорида серебра проводят после отфильтровывания и промывания осадка водой.

### Цинк

Растворы солей цинка образуют с сульфид-ионом осадок цинка сульфида белого цвета, легко растворимый в разведенной кислоте хлороводородной и нерастворимый в кислоте уксусной:



Методика: к 2 мл нейтрального раствора соли цинка (0,005-0,02 г иона цинка) прибавляют 0,5 мл раствора сульфида натрия или сероводорода; образуется белый осадок, нерастворимый в разведенной уксусной кислоте и легко растворимый в разведенной хлороводородной кислоте.

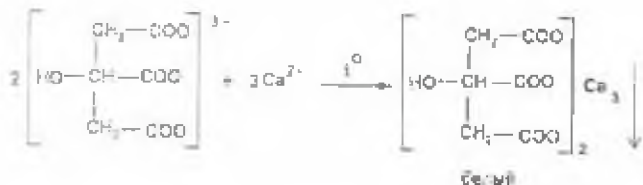
С гексацианоферрат (II)-ионом соли цинка образуют белый студенистый осадок гексацианоферрат (II) цинка, калия, нерастворимый в разведенной кислоте хлороводородной:



Методика: к 2 мл раствора соли цинка (0,005-0,02 г иона цинка) прибавляют 0,5 мл раствора ферроцианида калия; образуется белый осадок, нерастворимый в разведенной хлороводородной кислоте.

## Цитраты

Цитрат-ион образует с ионом кальция соль, растворимую в воде при комнатной температуре и выпадающую в осадок при кипячении. Осадок растворим в кислоте хлористоводородной:



Методика: к 1 мл нейтрального раствора цитрата (0,002-0,01 г иона цитрата) прибавляют 1 мл раствора хлорида кальция; раствор остается прозрачным; при кипячении образуется белый осадок, растворимый в разведенной хлористоводородной кислоте.

При нагревании цитратов с уксусным ангидридом появляется красное окрашивание.

Методика: к препарату (0,001-0,002 г иона цитрата) прибавляют 0,5 мл уксусного ангидрида и нагревают; через 20-40 с появляется красное окрашивание.

### 1.3. Лабораторная работа № 1 по теме № 10

**Тема:** “Общие реакции на подлинность неорганических лекарственных веществ”

**Цель работы:** освоить способы выполнения общих реакций установления подлинности неорганических лекарственных веществ.

**Самостоятельная подготовка:** изучить химические реакции на катионы и анионы, которые могут входить в состав лекарственных веществ.

**Объекты исследования:** вещества, содержащие катионы и анионы, необходимые для изучения: калия иодид, натрия карбонат (гидрокарбонат), висмута нитрат основной, натрия нитрит, ртути (II) ацетат, натрия арсенат, натрия сульфит, калия бромид, мышьяковистый ангидрид, серебра нитрат, железа (II) сульфат, магния сульфат, натрия сульфат, цинка сульфат, натрия фосфат двузамещенный, аммония хлорид, железа (III) хлорид, кальция хлорид, натрия хлорид.

**Оборудование:** электронные весы, водяная баня, электрическая плитка, спиртовка.

**Посуда:** пипетки, пробирки, фильтры, мерные цилиндры, мерные колбы, конические колбы.

**Реактивы:** раствор цинк-уранил-ацетата, кислота хлористоводородная разведенная, кислота хлористоводородная концентрированная, раствор винной кислоты, раствор ацетата натрия, спирт этиловый 95%, раствор натрия гидроксида, кислота уксусная разведенная, раствор натрия кобальтинитрита, раствор аммония хлорида, раствор натрия фосфата двузамещенного, раствор аммиака, раствор аммония оксалата, раствор натрия сульфида, раствор гексацианоферрата (II) калия (калия ферроцианида), раствор калия иодида, кислота азотная концентрированная, кислота азотная разведенная, кислота серная разведенная, кислота серная концентрированная, раствор гексацианоферрата (III) калия (калия феррицианида), раствор аммония сульфида, раствор аммония роданида (тиоцианата), известковая вода, насыщенный раствор магния сульфата, раствор дифениламина, раствор калия перманганата, медь металлическая, раствор дифениламина, антипирин (субстанция), натрия нитрит (субстанция), натрия нитрит раствор, раствор серебра нитрата, раствор магния сульфата, раствор аммония молибдата, раствор бария хлорида, раствор хлорамина, хлороформ, раствор железа (III) хлорида.

**Индикаторы:** раствор фенолфталеина.

**Титрованные растворы:** 0,1M раствор йода.

**Задание 1. Установить наличие катионов и анионов в соответствии с требованиями ГФ XI.**

Предварительно рассчитывают массу навески соли, содержащую необходимое количество определяемого иона. Это показано на примере иона натрия.

**1.1. Ион натрия.** Согласно ГФ XI (вып. 1, с. 162) для обнаружения иона натрия следует взять на анализ 1 мл раствора соли, содержащей 0,01-0,03 г иона натрия. Необходимо рассчитать, какое количество натрия хлорида (X) в граммах следует взять для изготовления данной пробы:

$$X = \frac{M_{\text{натр}} \cdot 0,01}{A_{\text{натр}}} = \frac{58,44 \cdot 0,01}{23} = 0,025 \text{ г.}$$

Приготовление раствора: 0,25 г (ручные весочки) натрия хлорида растворяют в 10 мл воды.



К 1 мл полученного раствора, подкисленному кислотой уксусной, прибавляют 0,5 мл раствора цинк-уранил-ацетата. Образуется желтый кристаллический осадок:



**1.2. Ион натрия.** Соль натрия, смоченная кислотой хлористоводородной, внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в желтый цвет.

При выполнении приведенных далее реакций для приготовления исходных растворов необходимо провести расчеты в соответствии с примером в разделе 1.1. Атомные массы элементов приведены в таблице 1.

Таблица 1

**Наименования, символы и относительные атомные массы элементов**

Приведенные ниже относительные атомные массы элементов приняты Международным союзом по теоретической и прикладной химии (IUPAC) в 1997 г и определены относительно изотопа  $^{12}\text{C}$ .

Наименование	Символ	Относительная атомная масса	Наименование	Символ	Относительная атомная масса
Азот	N	14,007	Неодим	Nd	144,24
Алюминий	Al	26,982	Неон	Ne	20,180
Аргон	Ar	39,948	Никель	Ni	58,693
Барий	Ba	137,33	Ниобий	Nb	92,906
Бериллий	Be	9,0122	Олово	Sn	118,71
Бор	B	10,811	Осмий	Os	190,23
Бром	Br	79,904	Палладий	Pd	106,42
Ванадий	V	50,942	Платина	Pt	195,08
Висмут	Bi	208,98	Празеодим	Pr	140,91
Водород	H	1,0079	Прометий	Pm	144,91
Вольфрам	W	183,84	Протактиний	Pa	231,04
Гадолиний	Gd	157,25	Рений	Re	186,21
Галлий	Ga	69,723	Родий	Rh	102,91
Гафний	Hf	178,49	Ртуть	Hg	200,59
Гелий	He	4,0026	Рубидий	Rb	85,468
Германий	Ge	72,61	Рутений	Ru	101,07
Гольмий	Ho	164,93	Самарий	Sm	150,36
Диспрозий	Dy	162,50	Свинец	Pb	207,2
Европий	Eu	151,96	Селен	Se	78,96
Железо	Fe	55,845	Сера	S	32,066

Золото	Au	196.97	Серебро	Ag	107.87
Индий	In	114.82	Скандий	Sc	44.956
Йод	I	126.90	Стронций	Sr	87.62
Иридий	Ir	192.22	Сурьма	Sb	121.76
Иттербий	Yb	173.04	Таллий	Tl	204.38
Иттрий	Y	88.906	Тантал	Ta	180.95
Кадмий	Cd	112.41	Теллур	Te	127.60
Калий	K	39.098	Тербий	Tb	158.93
Кальций	Ca	40.078	Титан	Ti	47.867
Кислород	O	15.999	Торий	Th	232.04
Кобальт	Co	58.933	Тулий	Tm	168.93
Кремний	Si	28.086	Углерод	C	12.011
Криптон	Kr	83.80	Уран	U	238.03
Ксенон	Xe	131.29	Фосфор	P	30.974
Лантан	La	138.91	Фтор	F	18.998
Литий	Li	6.941	Хлор	Cl	35.453
Лютеций	Lu	174.97	Хром	Cr	51.996
Магний	Mg	24.305	Цезий	Cs	132.91
Марганец	Mn	54.938	Церий	Ce	140.12
Медь	Cu	63.546	Цинк	Zn	65.39
Молибден	Mo	95.94	Цирконий	Zr	91.224
Мышьяк	As	74.922	Эрбий	Er	167.26
Натрий	Na	22.990			

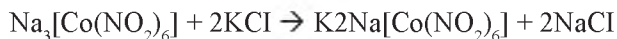
**2.1. Ион калия.** Приготовить раствор калия хлорида, содержащий 0,01-0,02 г иона калия в 2 мл.

К полученному раствору прибавляют 1 мл раствора кислоты винной, 1 мл раствора ацетата натрия, 0,5 мл спирта этилового 95% и встряхивают. Постепенно выпадает белый кристаллический осадок:



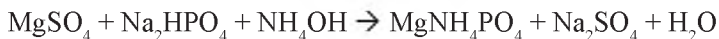
Осадок растворяется в разведенных минеральных кислотах и растворах едких щелочей.

**2.2. Ион калия.** Приготовить раствор калия хлорида, содержащий 0,01-0,02 г иона калия в 2 мл. К полученному раствору прибавляют 0,5 мл кислоты уксусной разведенной, 0,5 мл раствора натрия кобальтинитрита. Образуется желтый кристаллический осадок:



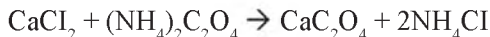
**2.3. Ион калия.** Соль калия, внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в фиолетовый цвет или при рассмотрении через синее стекло в пурпурно-красный.

**3.1. Ион магния.** Приготовить раствор магния сульфата, содержащий 0,002-0,005 г иона магния в 1 мл. К полученному раствору магния сульфата прибавляют 1 мл раствора аммония хлорида, 0,5 мл раствора натрия фосфата двузамещенного и 1 мл раствора аммиака. Образуется белый кристаллический осадок:



Осадок растворим в кислоте уксусной и разведенных минеральных кислотах.

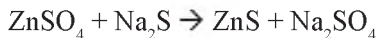
**4.1. Ион кальция.** Приготовить раствор кальция хлорида, содержащий 0,002-0,02 г иона кальция в 1 мл. К полученному раствору добавляют 1 мл раствора аммония оксалата. Образуется белый осадок:



Осадок нерастворим в кислоте уксусной разведенной и растворе аммиака, но растворим в разведенных минеральных кислотах.

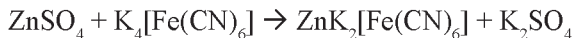
**4.2. Ион кальция.** Соль кальция, смоченная кислотой хлористоводородной и внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в кирпично-красный цвет.

**5.1. Ион цинка.** Приготовить раствор цинка сульфата, содержащий в 2 мл 0,005-0,02 г иона цинка. К полученному нейтральному раствору прибавляют 0,5 мл раствора натрия сульфида. Образуется белый осадок:



Осадок нерастворим в кислоте уксусной разведенной и легко растворим в кислоте хлористоводородной разведенной.

**5.2. Ион цинка.** К 2 мл того же раствора прибавляют 0,5 мл раствора гексацианоферрата (II) калия (калия ферроцианида). Образуется белый студенистый осадок:

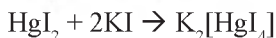
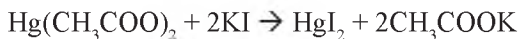


Осадок нерастворим в кислоте хлористоводородной разведенной.

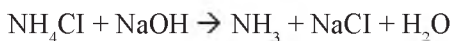
**6.1. Ион ртути (II).** Приготовить 2 мл раствора ртути (II) ацетата, содержащего 0,05 г иона ртути (II). К полученному раствору прибавляют 0,5 мл раствора натрия гидроксида; образуется желтый осадок:



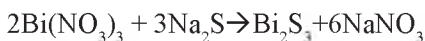
**6.2. Ион ртути (II).** Приготовить 1 мл раствора ртути (II) ацетата, содержащего 0,05 г иона ртути. К полученному раствору прибавляют осторожно по каплям раствор калия иодида. Образуется красный осадок, растворимый в избытке реактива:



**7.1. Ион аммония.** Приготовить раствор аммония хлорида, содержащий в 1 мл 0,002-0,006 г иона аммония. Полученный раствор соли аммония нагревают с 0,5 мл раствора натрия гидроксида. Выделяется аммиак, обнаруживаемый по запаху и по посинению влажной красной лакмусовой бумаги:

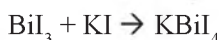
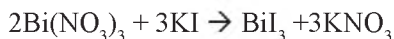


**8.1. Ион висмута.** Соль висмута, содержащую около 0,05 г иона висмута, взбалтывают с 3 мл кислоты хлористоводородной разведенной и фильтруют. К фильтрату прибавляют 1 мл раствора натрия сульфида. Появляется коричнево-черный осадок:

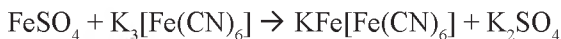


Осадок растворим в равном объеме кислоты азотной концентрированной.

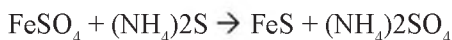
**8.2. Ион висмута.** Соль висмута, содержащую около 0,05 г иона висмута, взбалтывают с 5 мл кислоты серной разведенной и фильтруют. К фильтрату прибавляют 2 капли раствора калия иодида, выпадает черный осадок, растворимый в избытке реактива с образованием раствора желтовато-оранжевого цвета:



**9.1. Ион железа (II).** Приготовить раствор железа (II) сульфата, содержащий 0,02 г иона железа (II) в 2 мл. К приготовленному раствору соли железа (II) прибавляют 0,5 мл кислоты хлористоводородной разведенной и 1 мл раствора гексацианоферрата (III) калия (калия феррицианида). Образуется синий осадок:

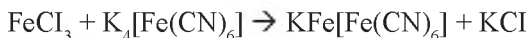


**9.2. Ион железа (II).** К 2 мл того же раствора соли железа (II) прибавляют раствор аммония сульфида. Образуется черный осадок:

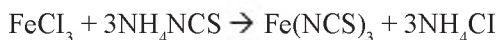


Осадок растворим в разведенных минеральных кислотах.

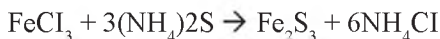
**10.1. Ион железа (III).** Приготовить раствор железа (III) хлорида, содержащий 0,001 г иона железа (III) в 2 мл. К приготовленному раствору соли железа (III) прибавляют 5 мл воды, 0,5 мл кислоты хлористоводородной разведенной и 1—2 капли раствора гексацианоферрата (II) калия. Образуется синий осадок:



**10.2. Ион железа (III).** К 2 мл того же раствора железа (III) хлорида прибавляют 5 мл воды, 0,5 мл кислоты хлористоводородной разведенной и 1-2 капли раствора аммония роданида (тиоцианата). Появляется красное окрашивание:

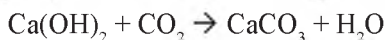
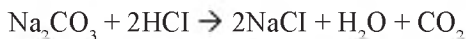


**10.3. Ион железа (III).** К 2 мл такого же раствора соли железа (III) прибавляют 5 мл воды и раствор аммония сульфида. Образуется черный осадок:

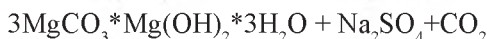


Осадок растворим в разведенных минеральных кислотах.

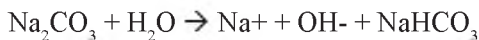
**11.1. Карбонат (гидрокарбонат) – ион.** К 0,2 г натрия карбоната (гидрокарбоната) или к 2 мл 10% раствора натрия карбоната (гидрокарбоната) прибавляют 0,5 мл кислоты хлористоводородной разведенной. Выделяются пузырьки диоксида углерода. При пропускании их через известковую воду образуется белый осадок:



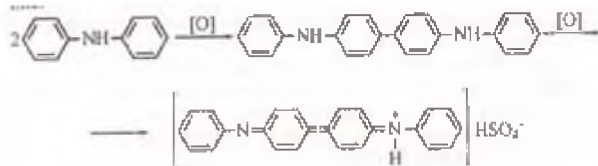
**11.2. Карбонат-ион.** К 2 мл 10% раствора натрия карбоната прибавляют 5 капель насыщенного раствора магния сульфата, образуется белый осадок (гидрокарбонат образует осадок только при кипячении смеси):



**11.3. Карбонат-ион.** Раствор натрия карбоната 10% при прибавлении 1 капли раствора фенолфталеина окрашивается в малиновый цвет (отличие от гидрокарбоната).



**12.1. Нитрат-ион.** Рассчитать массу натрия нитрата, содержащую 0,01 г нитрат-иона. К рассчитанной массе соли прибавляют несколько капель раствора дифениламина. Появляется синее окрашивание:

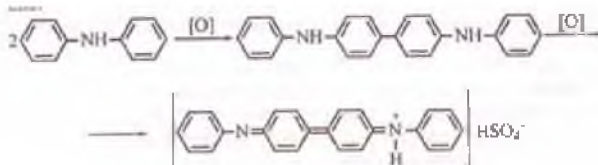


**12.2. Нитрат-ион.** Рассчитать массу нитрата натрия, содержащую 0,002-0,005 г нитрат-иона. Эта масса соли не обесцвечивает раствор калия перманганата, подкисленный кислотой серной (отличие от нитритов).

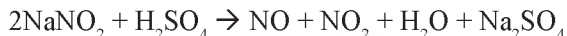
**12.3. Нитрат-ион.** К такой же массе натрия нитрата прибавляют по 2-3 капли воды и кислоты серной концентрированной, кусочек металлической меди и нагревают. Выделяются бурые пары диоксида азота:



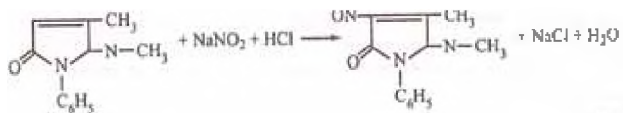
**13.1. Нитрит-ион.** Рассчитать массу натрия нитрита, содержащую 0,001 г нитрит-иона. К данной массе натрия нитрита прибавляют несколько капель раствора дифениламина. Появляется синее окрашивание.



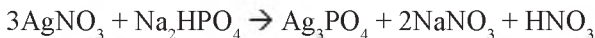
**13.2. Нитрит-ион.** Рассчитать массу натрия нитрита, содержащую 0,03 г нитрит-иона. К рассчитанной массе натрия нитрита прибавляют 1 мл кислоты серной разведенной. Выделяются желто-бурые пары (отличие от нитратов):



**13.3. Нитрит-ион.** Несколько кристаллов антипирина растворяют в фарфоровой чашке в 2 каплях кислоты хлористоводородной разведенной, прибавляют массу натрия нитрита, содержащую 0,001 нитрит-иона. Появляется зеленое окрашивание нитрозоантипирина (отличие от нитратов):



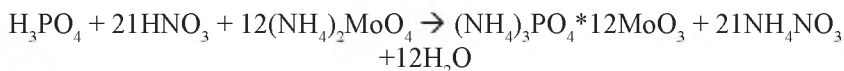
**14.1. Фосфат-ион.** Рассчитать массу натрия фосфата двузамещенного, содержащую 0,01-0,03 г иона фосфата, растворить в 1 мл воды, прибавить несколько капель раствора серебра нитрата. Образуется желтый осадок:



Осадок растворим в кислоте азотной разведенной и растворе аммиака.

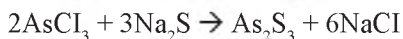
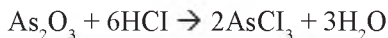
**14.2. Фосфат-ион.** К 1 мл такого же раствора натрия фосфата двузамещенного прибавляют 1 мл раствора аммония хлорида, 1 мл раствора аммиака и 0,5 мл раствора магния сульфата. Образуется белый кристаллический осадок, растворимый в кислоте уксусной и разведенных минеральных кислотах.

**14.3. Фосфат-ион.** К 1 мл такого же раствора натрия фосфата двузамещенного в кислоте азотной разведенной прибавляют 2 мл раствора аммония молибдата и нагревают. Образуется желтый кристаллический осадок:



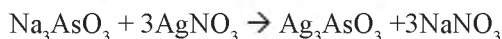
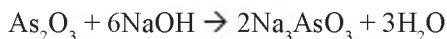
Осадок растворим в растворе аммиака.

**15.1. Арсенит-ион.** Рассчитать массу соединения трехвалентного мышьяка, содержащую 0,03 г арсенит-иона. К рассчитанной массе прибавляют 0,5 мл кислоты хлористоводородной разведенной и 1-2 капли раствора натрия сульфида. Образуется желтый осадок:



Осадок нерастворим в кислоте хлористоводородной концентрированной, растворим в растворе аммиака.

**15.2. Арсенит-ион.** Рассчитать массу соединения мышьяка содержащую 0,003 г арсенит-иона и растворить в 1 мл 0,1 М раствора гидроксида натрия. К полученному раствору прибавляют 1-2 капли раствора серебра нитрата. Образуется осадок желтого цвета:



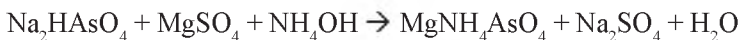
Осадок растворим в кислоте азотной разведенной и растворе аммиака.

**16.1. Арсенат-ион.** Приготовить раствор арсената натрия, содержащий 0,001 г арсенат-иона в 0,3 мл. К полученному раствору прибавляют 1-2 капли раствора серебра нитрата. Образуется осадок коричневого цвета:



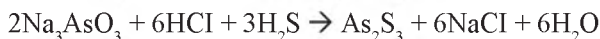
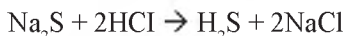
Осадок растворим в кислоте азотной разведенной и растворе аммиака.

**16.2. Арсенат-ион.** К такому же раствору прибавляют 1 мл раствора аммония хлорида, 1 мл раствора аммиака и 1 мл раствора магния сульфата. Образуется белый кристаллический осадок (отличие от арсенидов):



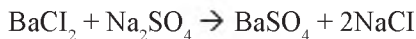
Осадок растворим в кислоте хлористоводородной.

**16.3. Арсенат-ион.** Приготовить раствор арсената натрия, содержащий 0,03 г арсенат-иона в 0,3 мл. К полученному раствору прибавляют 0,5 мл кислоты хлористоводородной разведенной, 2 капли раствора натрия сульфида и нагревают. Образуется желтый осадок:



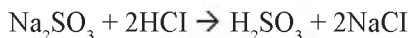
Осадок нерастворим в кислоте хлористоводородной концентрированной и растворим в растворе аммиака.

**17.1. Сульфат-ион.** Приготовить 2 мл раствора натрия сульфата, содержащего 0,005-0,05 г сульфат-иона. К полученному раствору прибавляют 0,5 мл раствора бария хлорида. Образуется белый осадок:



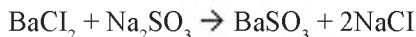
Осадок нерастворим в разведенных минеральных кислотах.

**18.1. Сульфит-ион.** Приготовить 2 мл раствора натрия сульфита, содержащего 0,01-0,03 г сульфит-иона. К полученному раствору прибавляют 2 мл кислоты хлористоводородной разведенной и встряхивают. Постепенно выделяется сернистый газ, обнаруживаемый по характерному запаху:

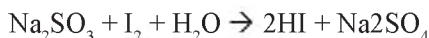




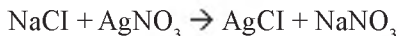
**18.2. Сульфит-ион.** К такому же раствору натрия сульфита прибавляют 0,5 мл раствора бария хлорида. Образуется белый осадок, растворимый в кислоте хлористоводородной разведенной (отличие от сульфатов):



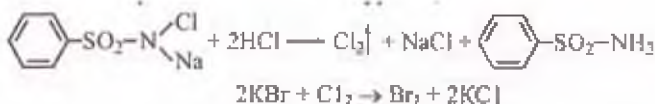
**18.3. Сульфит-ион.** При добавлении к такому же раствору натрия сульфита нескольких капель 0,1 М раствора йода реактив обесцвечивается:



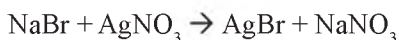
**19.1. Хлорид-ион.** Рассчитать массу натрия хлорида, содержащую 0,002-0,01 г хлорид-иона, растворить в 2 мл воды, прибавить 0,5 мл кислоты азотной разведенной и 0,5 мл раствора серебра нитрата. Образуется белый творожистый осадок, растворимый в растворе аммиака. При испытании подлинности гидрохлоридов органических оснований растворимость образовавшегося осадка серебра хлорида устанавливают после отфильтровывания и промывания его водой:



**20.1. Бромид-ион.** Рассчитать массу натрия бромид, содержащую 0,002-0,03 г бромид-иона, растворить в 1 мл воды. К полученному раствору прибавляют 1 мл кислоты хлористоводородной разведенной, 0,5 мл раствора хлорамина, 1 мл хлороформа и взбалтывают. Хлороформный слой окрашивается в желто-бурый цвет:

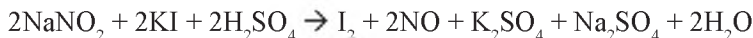


**20.2. Бромид-ион.** К 1 мл такого же раствора калия бромид прибавляют 0,5 мл кислоты азотной разведенной и 0,5 мл раствора серебра нитрата. Образуется желтоватый творожистый осадок, трудно растворимый в растворе аммиака:

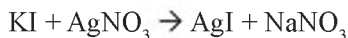


**21.1. Иодид-ион.** Рассчитать массу калия иодида, содержащую 0,003 г иодид-иона, растворить в 2 мл воды. К полученному раствору прибавляют 0,2 мл кислоты серной разведенной, 0,2 мл раствора натрия нитри-

та или раствора железа (III) хлорида и 2 мл хлороформа. При взбалтывании хлороформный слой окрашивается в фиолетовый цвет:

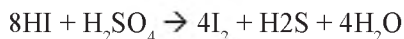


**21.2. Иодид-ион.** К 2 мл такого же раствора калия иодида прибавляют 0,5 мл кислоты азотной разведенной и 0,5 мл раствора серебра нитрата. Образуется желтый творожистый осадок:



Осадок нерастворим в растворе аммиака.

**21.3. Иодид-ион.** При нагревании 0,1 г калия иодида с 1 мл кислоты серной концентрированной выделяются фиолетовые пары йода:



Задание 2. Результаты работы оформить в виде отчета и протокола, привести методики и уравнения реакции.

## ПРИЛОЖЕНИЕ

### ПРИМЕРЫ БИЛЕТОВ К ЗАНЯТИЮ № 10

#### Билет 1

1. С помощью каких химических реакций можно отличить карбонаты от гидрокарбонатов?
2. С помощью каких химических реакций можно идентифицировать ион серебра?

#### Билет 2

1. Приведите уравнение химической реакции образования нитрозоантипина. Наличие какого аниона в препарате можно подтвердить этой реакцией?
2. Укажите реактивы и приведите уравнения химических реакций для идентификации солей железа (II).

#### Билет 3

1. Как можно установить подлинность аммония хлорида? Приведите уравнения химических реакций.
2. Какой анион можно обнаружить с раствором дифениламина?

#### **Билет 4**

1. Какие катионы с сульфидом натрия образуют черный, коричнево-черный и белый осадки? Приведите уравнения химических реакций.
2. Приведите уравнение химической реакции обнаружения фосфат-иона с раствором молибдата аммония.

#### **Билет 5**

1. С помощью каких химических реакций можно отличить сульфит-ион от сульфат-иона?
2. К какому типу реакций можно отнести реакцию образования «серебряного зеркала»? Приведите уравнения химических реакций.

#### **Билет 6**

1. Какие изменения могут происходить с препаратами при нагревании или прокаливании? Приведите примеры.
2. Как проводят обнаружение фосфат-иона?

#### **Билет 7**

1. Обнаружение каких анионов проводят по окраске хлороформного слоя? Приведите уравнения химических реакций
2. При обнаружении какого катиона с раствором калия иодида выпадает черный осадок? Какие изменения происходят с осадком при добавлении избытка данного реактива? Напишите уравнения химических реакций.

#### **Билет 8**

1. Напишите уравнения химических реакций обнаружения катиона железа (III)? Укажите аналитический эффект реакций.
2. Какой катион с раствором сульфида натрия образует белый осадок? Укажите, в чем растворим данный осадок. Приведите уравнения химических реакций

#### **Билет 9**

1. Какие катионы можно обнаружить по окраске бесцветного пламени?
2. Каким реактивом можно провести обнаружение катионов: цинка, меди и серебра? В чем растворимы полученные осадки? Приведите уравнения химических реакций.

#### **Билет 10**

1. Какими химическими реакциями можно различить фосфаты, бромиды и иодиды?
2. Можно ли с помощью индикатора различить растворы карбонатов от гидрокарбонатов? Приведите методику и аналитический эффект.

### **Билет 11**

1. Как провести идентификацию препарата магния сульфат?
2. Приведите уравнения химических реакций обнаружения катиона калия? Окрашивает ли соль калия бесцветное пламя?

### **Билет 12**

1. Как можно провести идентификацию препарата кальция хлорид?
2. С помощью каких реакций можно отличить нитрит-ион от нитрат-иона?

### **Билет 13**

1. Приведите уравнения химических реакций обнаружения катиона ртути (II).
2. Какой катион обнаруживают с раствором кобальтинитрита натрия? Приведите уравнения химических реакций и аналитический эффект.

### **Билет 14**

1. Какие реактивы являются групповыми при определении катионов и анионов в неорганических препаратах?
2. Приведите уравнения химических реакций для обнаружения нитрат-иона?

### **Билет 15**

1. Чем обусловлена необходимость объединения в одной общей статье ГФ XI методик испытания подлинности анионов и катионов?
2. Какие химические реакции происходят при выполнении реакции образования «серебряного зеркала»?

### **Билет 16**

1. С помощью каких химических реакций можно отличить галогенид-ионы друг от друга?
2. С помощью каких реакций можно идентифицировать сульфит-ион?

## ПРИЛОЖЕНИЕ № 2

### Тестовые задания по теме № 10:

#### “Общие реакции на подлинность неорганических лекарственных веществ”

**1. Хлорид-ионы обнаруживают:**

- А) раствором серебра нитрата водным;
- Б) раствором серебра нитрата в присутствии аммиака;
- В) раствором серебра нитрата в присутствии кислоты азотной;
- Г) раствором серебра нитрата в присутствии кислоты серной.
- Д) раствором натрия нитрита

**2. Один из перечисленных ионов дает белый осадок с раствором бария хлорида в присутствии кислоты хлороводородной:**

- А) нитрат-ион;
- Б) сульфат-ион;
- В) фосфат-ион;
- Г) сульфид-ион
- Д) сульфит – ион

**3. Синее окрашивание раствора в присутствии аммиака дает:**

- А) ион серебра;
- Б) ион цинка;
- В) ион железа;
- Г) ион меди.
- Д) нитрит ион

**4. Розовая окраска калия перманганата исчезает:**

- А) в присутствии кислоты азотной;
- Б) в присутствии кислоты серной;
- В) в присутствии натрия сульфата и кислоты серной;
- Г) в присутствии натрия нитрита и кислоты серной.
- Д) в присутствии кислоты уксусной

**5. Ион аммония можно обнаружить:**

- А) раствором бария хлорида;
- Б) реактивом Несслера;
- В) раствором калия иодида;
- Г) раствором калия перманганата
- Д) раствором натрия гидроксида

**6. Отличить раствор гидрокарбоната натрия от раствора карбоната натрия можно по:**

- А) индикатору лакмусу
- Б) индикатору фенолфталеину
- В) индикатору метиловому красному
- Г) реакции с кислотой уксусной
- Д) реакции с минеральной кислотой

**7. Ион натрия можно обнаружить:**

- А) окрашиванием бесцветного пламени горелки в желтый цвет;
- Б) реактивом Несслера;
- В) раствором цинк – уранил – ацетата в присутствии уксусной кислоты;
- Г) раствором калия перманганата;
- Д) раствором натрия гидроксида

**8. Ион калия можно обнаружить:**

- А) окрашиванием бесцветного пламени горелки в желтый цвет;
- Б) окрашиванием бесцветного пламени горелки в фиолетовый цвет;
- В) раствором цинк – уранил – ацетата в присутствии уксусной кислоты;
- Г) раствором винной кислоты в присутствии натрия ацетата и спирта этилового 95%;
- Д) раствором натрия кобальтинитрита в присутствии уксусной разведенной кислоты.

**9. Раствор винной кислоты является дифференцирующим реактивом на:**

- А) ион серебра;
- Б) ион кальция;
- В) ион железа;
- Г) ион калия;
- Д) нитрит ион

**10. Соль кальция, смоченная кислотой хлористоводородной и внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в:**

- А) зеленый цвет
- Б) желтый цвет
- В) фиолетовый цвет
- Г) пурпурно – красный цвет
- Д) кирпично – красный цвет

**11. Соль натрия, смоченная кислотой хлористоводородной и внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в:**

- А) зеленый цвет
- Б) желтый цвет
- В) фиолетовый цвет
- Г) пурпурно – красный цвет
- Д) кирпично – красный цвет

**12. При добавлении к раствору цинка сульфата раствора натрия сульфида образуется:**

- А) зеленый осадок
- Б) желтый осадок
- В) черный осадок
- Г) белый осадок
- Д) красный осадок

**13. Раствор натрия гидроксида является дифференцирующим реактивом для:**

- А) иона ртути;
- Б) иона аммония;
- В) иона железа;
- Г) иона калия;
- Д) ион цинка

**14. Один из перечисленных ионов дает белый осадок с раствором аммония оксалата:**

- А) ион натрия;
- Б) ион калия;
- В) ион кальция;
- Г) ион аммония;
- Д) ион цинка

**15. Раствор дифениламина является дифференцирующим реактивом для:**

- А) карбонат - иона;
- Б) гидрокарбонат - иона;
- В) нитрат - иона;
- Г) нитрит - иона;
- Д) арсенит – иона

**16. Выделение бурых паров диоксида азота в присутствии кислоты серной концентрированной и кусочка меди при нагревании характерно для:**

- А) карбонат - иона;
- Б) гидрокарбонат - иона;
- В) нитрат - иона;
- Г) нитрит - иона;
- Д) арсенит – иона

**17. Выделение желто – бурых паров в присутствии кислоты серной концентрированной разведенной характерно для:**

- А) карбонат - иона;
- Б) гидрокарбонат - иона;
- В) нитрат - иона;
- Г) нитрит - иона;
- Д) арсенит – иона

**18. Сульфит – ион в отличие от сульфат – иона можно отличить по:**

- А) образованию белого осадка, нерастворимого в кислоте хлористоводородной разведенной с раствором бария хлорида;
- Б) образованию белого осадка, растворимого в кислоте хлористоводородной разведенной с раствором бария хлорида;
- В) индикатору фенолфталеину;
- Г) обесцвечиванию 0,1М раствора йода;
- Д) нет правильного ответа

**19. Окрашивание хлороформного слоя в желто-бурый цвет в присутствии кислоты хлористоводородной разведенной и в раствора хлорамина характерно для:**

- А) карбонат – иона;
- Б) гидрокарбонат – иона;
- В) нитрат – иона;
- Г) хлорид – иона;
- Д) бромид – иона



**20. Бромид – ион в отличие от хлорид – иона образует с раствором серебра нитрата в присутствии кислоты азотной разведенной:**

- А) белый творожистый осадок, растворимый в растворе аммиака;
- Б) белый творожистый осадок, нерастворимый в растворе аммиака;
- В) белый кристаллический осадок;
- Г) желтый творожистый осадок, трудно растворимый в растворе аммиака;
- Д) желтый творожистый осадок, легко растворимый в растворе аммиака

**21. Раствор серебра нитрата в присутствии кислоты азотной разведенной является дифференцирующим реактивом для:**

- А) бромид – иона
- Б) хлорид – иона
- В) бромид – иона
- Г) фосфат – иона
- Д) верно все

**22. Раствор бария хлорида является дифференцирующим реактивом для:**

- А) бромид – иона
- Б) хлорид – иона
- В) бромид – иона
- Г) сульфит – иона
- Д) сульфат – иона

**23. Арсенат ион в отличие от арсенит иона можно идентифицировать по образованию:**

- А) белого творожистого осадка, растворимого в растворе аммиака;
- Б) белого творожистого осадка, нерастворимого в растворе аммиака;
- В) белого кристаллического осадка;
- Г) желтого творожистого осадка, трудно растворимого в растворе аммиака;
- Д) желтого творожистого осадка, легко растворимого в растворе аммиака

**24. Установите соответствие: определяемый ион – образующийся осадок при добавлении раствора серебра нитрата в присутствии кислоты азотной разведенной:**

- 1) иодид – ион
- 2) бромид – ион
- 3) хлорид – ион
- 4) фосфат – ион
- А) желтый творожистый осадок, нерастворимый в растворе аммиака
- Б) желтоватый творожистый осадок, трудно растворимый в растворе аммиака
- В) белый творожистый осадок, растворимый в растворе аммиака
- Г) желтый осадок, растворимый в кислоте азотной разведенной и растворе аммиака

**25. Рассчитайте навеску  $\text{NaCl}$  (М.м. = 58,44) которую необходимо взять для изготовления раствора при проведении реакции на ион натрия (А.м. = 23), если чувствительность реакции равна 0,01 г/мл.**

- А) 0,0025 г
- Б) 0,025 г
- В) 0,25 г
- Г) 2,5 г
- Д) 0,059 г

**26. Рассчитайте навеску  $\text{KI}$  (М.м. = 166,01) которую необходимо взять для изготовления раствора при проведении реакции на ион калия (А.м. = 39,09), если чувствительность реакции равна 0,01 г/мл.**

- А) 0,0004 г
- Б) 0,004 г
- В) 0,04 г
- Г) 0,4 г
- Д) 0,0166 г

**27. Катион натрия окрашивает пламя в:**

- А) фиолетовый цвет
- Б) желтый цвет
- В) кирпично-красный цвет
- Г) зеленый цвет

**28. Подберите пары: катион – реактив, которым он определяется:**

- |                                 |   |
|---------------------------------|---|
| 1. кальций ( $\text{Ca}^{2+}$ ) | А) калия иодид - $\text{KI}$  |
| 2. цинк ( $\text{Zn}^{2+}$ )    | Б) оксалат аммония - $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$            |
| 3. калий ( $\text{K}^+$ )       | В) кобальтинитрит натрия – $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$    |
| 4. висмут ( $\text{Bi}^{3+}$ )  | Г) гексацианоферрат (II) калия – $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ |

**29. Сульфиты в отличие от сульфатов образуют:**

А) с хлоридом бария белый осадок, нерастворимый в разведенных минеральных кислотах

Б) с хлоридом бария белый осадок, растворимый в разведенной хлористоводородной кислоте

В) с раствором йода бесцветный раствор

Г) с хлористоводородной кислотой - сернистый газ, обнаруживаемый по запаху

**30. Установите соответствие: анион - реактив, которым он определяется:**

- |             |  |
|-------------|--|
| 1. карбонат | А) дифениламин   |
| 2. нитрат   | Б) разведенная хлористоводородная кислота              |
| 3. фосфат   | В) хлорамина,<br>хлористоводородная кислота, хлороформ |
| 4. бромид   | Г) сульфат магния,<br>аммиак, хлорид аммония           |

**31. Иодид-ион окисляется в кислой среде до молекулярного йода реактивами:**

А)  $\text{NaNO}_2$

Б)  $\text{FeCl}_3$

В)  $\text{KMnO}_4$

Г)  $\text{Na}_2\text{SO}_4$

**32. Нитрат серебра образует желтый осадок с:**

А) хлорид-ионом

Б) бромид-ионом

В) фосфат-ионом

Г) иодид-ионом

**33. Установите соответствие: реактив – аналитический эффект для обнаружения нитрит-иона:**

- |                                 |  |
|---------------------------------|--|
| 1. разведенная серная кислота   | А) зеленое окрашивание                       |
| 2. антипирин                    | Б) желто-бурые пары                          |
| 3. дифениламин                  | В) синее окрашивание                         |
| 4. калия иодид (в кислой среде) | Г) фиолетовое окрашивание хлороформного слоя |

**34. Укажите, какие реактивы используются для испытания подлинности катиона железа (II):**

- А) гексацианоферрат (III) калия
- Б) гексацианоферрат (II) калия
- В) роданид аммония
- Г) сульфид аммония

**35. При обнаружении катиона калия с кобальтинитритом натрия образуется осадок желтого цвета, имеющий состав:**

- А)  $\text{KNa}_2[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]$
- Б)  $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$
- В)  $\text{K}_3[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]$

**36. Подберите пары: катион – окрашивание пламени:**

- |            |                      |
|------------|----------------------|
| 1. калий   | А) желтое            |
| 2. натрий  | Б) фиолетовое        |
| 3. кальций | В) кирпично-красное  |
| 4. литий   | Г) карминово-красное |

**37. При добавлении к раствору соли, содержащей фосфат-ион, раствора нитрата серебра, образуется желтый осадок имеющий состав:**

- А)  $\text{Ag}_2\text{O}$
- Б)  $\text{Ag}_3\text{HPO}_4$
- В)  $\text{Ag}_3\text{PO}_4$
- Г)  $\text{AgH}_2\text{PO}_4$

**38. Для обнаружения фосфат-иона используют:**

- А) нитрат серебра
- Б) сульфат магния
- В) молибдат аммония
- Г) оксалат аммония

**39. С сульфидом натрия образуют осадки черного цвета все катионы металлов, кроме:**

- А) железа (II)
- Б) серебра
- В) железа (III)
- Г) цинка

**40. Подлинность нитрат-иона можно установить с помощью реакции:**

- А)  $2\text{NaNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{NO}\uparrow + \text{NO}_2\uparrow + \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}$
- Б)  $\text{Zn} + 2\text{NaNO}_3 + 2\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{ZnSO}_4 + 2\text{NO}_2\uparrow + \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}$
- В)  $2\text{NaNO}_3 + 2\text{HCl} \rightarrow \text{NO}\uparrow + \text{NO}_2\uparrow + 2\text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$

**41. Подберите пары: катион – реактив, которым он определяется:**

- 1. железо (III)  $\text{Fe}^{3+}$     А)  $\text{CH}_3\text{O}$ ,  $\text{NH}_3$
- 2. серебро  $\text{Ag}^+$         Б)  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$
- 3. платина  $\text{Pt}^{2+}$         В)  $\text{HCOOH}$

**42. С помощью раствора формальдегида в присутствии аммиака восстанавливаются до металла катионы:**

- А) железа (II)
- Б) серебра
- В) висмута
- Г) платины

**43. Катион платины обнаруживают реактивами:**

- А)  $\text{HCOOH}$ ,  $\text{NH}_3$
- Б)  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$
- В)  $\text{H}_2\text{N}-\text{NH}_2 \times \text{H}_2\text{SO}_4$
- Г)  $\text{NH}_4\text{NCS}$

**44. Для обнаружения катиона меди используются реакции:**

- А)  $\text{Fe} + \text{CuSO}_4 \rightarrow \text{Cu}\downarrow + \text{FeSO}_4$
- Б)  $\text{CuSO}_4 + \text{Na}_2\text{S} \rightarrow \text{CuS}\downarrow + \text{Na}_2\text{SO}_4$
- В)  $\text{CuSO}_4 + 2\text{NH}_4\text{OH} \rightarrow [\text{Cu}(\text{NH}_3)_2]\text{SO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$
- Г)  $2\text{CuSO}_4 + 4\text{KI} \rightarrow \text{CuI}\downarrow + \text{I}_2 + 2\text{K}_2\text{SO}_4$

**45. Веществами желтого цвета являются продукты реакции:**

А)  $\text{AgI}$

Б)  $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$

В)  $\text{Ag}_3\text{PO}_4$

Г)  $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$

**46. Гексацианоферрат (II) калия можно использовать для идентификации катионов:**

А) кальция

Б) цинка

В) железа (II)

Г) железа (III)

**47. Подберите пары: катион – реактив, которым он определяется:**

1. бария                    А)  $\text{NaOH}$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$

2. алюминия            Б)  $\text{Na}_2\text{SO}_4$

3. платины              В)  $\text{HCOOH}$ ,  $\text{NH}_3$

4. магния                Г)  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{NH}_3$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$

**48. Для отличия нитритов от нитратов используют реактивы:**

А) дифениламин

Б) серная кислота

В) перманганат калия (в кислой среде)

Г) антипирин

## **2. Тема: «Фармакопейный анализ препаратов: водорода пероксида, натрия тиосульфата и натрия нитрита. Йодометрия. Перманганатометрия» (занятие № 11)**

В медицинской практике находят применение лекарственные препараты соединений элементов V и VI групп периодической системы: водорода пероксид, натрия тиосульфат и натрия нитрит. В процессе занятия, исходя из физических и химических свойств препаратов, необходимо освоить способы оценки качества изучаемых лекарственных препаратов.

### **2.1. Методические указания для студентов**

#### **2.1.1. Самоподготовка к занятию.**

##### **2.1.1.1. В процессе самоподготовки необходимо изучить:**

- способы получения водорода пероксида, натрия нитрита и натрия тиосульфата;
- физические свойства препаратов;
- реакции идентификации препаратов;
- определение примесей;
- особенности количественного определения препаратов;
- применение в медицинской практике, особенности хранения, формы выпуска.

##### **2.1.1.2. План самоподготовки:**

Для овладения указанными знаниями студент должен изучить:

- материал лекций по теме занятия;
- теоретический материал данной методички;
- разделы рекомендуемой литературы;
- решить задачи, представленные в данной методичке.

##### **2.1.1.3. Рекомендуемая литература:**

###### **А) Обязательная:**

1. Беликов В.Г. Фармацевтическая химия. В 2 ч.: Ч.1. Общая фармацевтическая химия; Ч.2. Специальная фармацевтическая химия: Учеб. для вузов. – Пятигорск, 2003.
2. Лабораторные работы по фармацевтической химии: Учебное пособие/Беликов В.Г., Вергейчик Е.Н., Компанцева Е.В., Куль И.Я., Лукьянчикова Г.И., Саушкина А.С., Тираспольская С.Г./под ред.

Е.Н. Вергейчика, Е.В. Компанцевой. – 2-е изд., перераб. и доп. – Пятигорск, 2003.

3. Фармацевтическая химия: учеб. пособие/под ред. А.П. Арзамасцева. – 3-е изд., испр. – М.: ГЭОТАР – Медиа, 2006.
4. Государственная фармакопея СССР, 11-е изд. Вып. 1. Общие методы анализа. - М.: Медицина, 1987.
5. Государственная фармакопея РФ XII/“Издательство “Научный центр экспертизы средств медицинского применения”, 2008.
6. Саушкина А.С. Сборник задач по фармацевтической химии: Учебное пособие по фармацевтической химии для студентов фармацевтических вузов и фармацевтических факультетов медицинских вузов / Под ред. В.Г. Беликова. – Пятигорск: Изд-во ПятГФА, 2003.

#### **Б) Дополнительная:**

1. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии: Учебн. литерат. для студентов фармац. вузов и факультетов. / А.П. Арзамасцев, Э.Н. Аксенова, О.П. Андрианова и др. – М.: Медицина, 2001.
2. Арзамасцев А.П. Фармакопейный анализ. – М.: Медицина, 1971.
3. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии. / Под ред. Сенова П.Л. - М.: Медицина, 1978.

#### **2.1.1.4. Контрольные вопросы:**

1. Какие препараты водорода пероксида включены в ГФ? Приведите их латинские названия, химические формулы.
2. Какими химическими реакциями можно доказать подлинность препаратов натрия тиосульфата?
3. Когда впервые был получен препарат натрия тиосульфат? Каковы источники и способы получения натрия тиосульфата?
4. Какой химической реакцией можно доказать присутствие бензоата в препарате водорода пероксид? Какова его роль?
5. Каково применение в медицинской практике препаратов водорода пероксида?
6. Как проводится количественное определение препарата натрия тиосульфата? Приведите уравнение химической реакции, фактор эквивалентности и индикатор.
7. Напишите химическую формулу и латинское название препарата натрия нитрита. Опишите его физические свойства, условия хранения.
8. Приведите уравнения химических реакций, протекающих при количественном определении магния пероксида.



9. Как можно установить подлинность магния пероксида? Приведите уравнения химических реакций.  
Каким методом проводят количественное определение натрия нитрита? Приведите уравнения химических реакций.
10. Приведите уравнения химических реакций, используемых для идентификации мочевины в растворах гидроперита. Для каких соединений эта реакция является общей?
11. Как хранят 3% растворы водорода пероксида? Что способствует разложению препарата? Каково применение этого препарата?
12. Приведите химическую формулу, латинское название натрия тиосульфата. Опишите его физические свойства и условия хранения.
13. Какие факторы влияют на устойчивость водорода пероксида? Ответ подтвердите уравнением реакции.
14. Какую реакцию используют для установления подлинности водорода пероксида?
15. Каково применение натрия тиосульфата?
16. Какие соединения образуются при взаимодействии натрия тиосульфата с цианидами, солями тяжелых металлов и иодом? Приведите уравнения соответствующих химических реакций. Приведите уравнения химических реакций взаимодействия натрия тиосульфата с раствором нитрата серебра. Для каких целей используют эту химическую реакцию в фармакоанализе?
17. Как в настоящее время проводят синтез препаратов водорода пероксида и гидроперита?
18. Когда впервые был получен препарат натрия тиосульфат? Каковы источники его получения? Приведите примеры возможных примесей в препарате.
19. Какой метод используют для количественной оценки натрия нитрита? Приведите уравнения соответствующих реакций.
20. Приведите химические формулы и латинские названия препаратов водорода пероксида. Каково содержание пероксида водорода в них (в %)?
21. Какой метод используют для количественной оценки магния пероксида? Приведите уравнения химических реакций.
22. Приведите химическую формулу, латинское название натрия нитрита. Обоснуйте условия его хранения. Какие процессы происходят при их несоблюдении?
23. Приведите уравнения химических реакций при иодометрическом количественном определении водорода пероксида.

24. Опишите физические свойства натрия тиосульфата. Обоснуйте условия его хранения.
25. Приведите уравнения химических реакций образования надхромовых кислот и пероксида хрома. Какие препараты идентифицируют по этой реакции?
26. Как можно установить подлинность натрия нитрита? Приведите уравнения химических реакций.
27. С чем связана особая тщательность при испытании на чистоту натрия тиосульфата? Как правильно провести испытание, если 30% водный раствор препарата должен быть прозрачным и бесцветным?
28. Как можно провести обнаружение мочевины в растворах гидроперита? Приведите уравнения соответствующих реакций.
29. Как приготовить 200 мл раствора пероксида водорода (3%) из раствора пергидроля (30%)?
30. Приведите химические формулы и латинские названия препаратов водорода пероксида. Каково содержание пероксида водорода в них (в %)?
31. Какие способы определения примеси мышьяка Вам известны? В чем преимущества и недостатки этих методов?

#### **2.1.2. Работа на занятии.**

**2.1.2.1. Объекты исследования:** раствор водорода пероксида, пероксид магния, натрия тиосульфат (субстанция), натрия нитрит (субстанция).

#### **2.1.2.2. Цель занятия:**

**2.1.2.2.1. В процессе занятия студент должен закрепить следующие знания:**

- формулы, латинские и химические названия изучаемых препаратов;
- способы получения раствора водорода пероксида, пероксида магния, натрия тиосульфата, натрия нитрита;
- физические свойства раствора водорода пероксида, пероксида магния, натрия тиосульфата, натрия нитрита;
- методы качественного анализа препаратов;
- способы обнаружения допустимых и недопустимых примесей в препаратах;
- теоретические основы и особенности количественного определения препаратов (перманганатометрия, иодометрия);
- применение, особенности хранения и формы выпуска препаратов.

#### **2.1.2.2.2. В процессе занятия студент должен приобрести следующие практические умения:**

- выполнять реакции подлинности водорода пероксида (реакция образования перекисных соединений);
- выполнять реакцию обнаружения тиосульфат-иона;
  - выполнять реакцию обнаружения нитрит-иона;
  - рассчитывать теоретический объем титранта для количественного определения водорода пероксида, натрия тиосульфата, натрия нитрита;
  - проводить количественное определение: натрия нитрита методом обратного титрования с иодометрическим определением избыточного количества перманганата калия, натрия тиосульфата иодометрическим методом (индикатор - крахмал), водорода пероксида перманганатометрическим методом без индикатора;
  - проводить расчет содержания препаратов;
  - делать правильное заключение по результатам проведенного анализа.

#### **2.1.2.3. План занятия:**

- Проверка подготовленности к занятию:  
по билетам входного контроля (**приложение № 1**);  
по тестовым заданиям (**приложение № 2**);  
методом опроса;  
решением ситуационных задач (**приложение № 3**) .
- Коррекция исходного уровня знаний студентов и постановка задач.
- Распределение индивидуальных заданий.
- Самостоятельная работа и оформление протоколов.
- Итоговый контроль.

#### **2.1.2.4. Самостоятельная работа студентов:**

**Задание 1.** Провести реакции идентификации водорода пероксида, натрия тиосульфата и натрия нитрита (на выбор).

**Задание 2.** Провести фармакопейный анализ предложенного препарата.

**Задание 3.** Оформить отчет и протокол анализа.

#### **2.1.2.5. Итоговый контроль:**

Оформленный студентом отчет и протокол анализа проверяется преподавателем.

Студент проходит собеседование по контролю усвоения теоретических вопросов и овладению практическими умениями.

## 2.2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЙ МАТЕРИАЛ

### 2.2.1. Раствор перекиси водорода, магнезия перекись, гидроперит

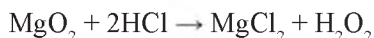
По физическим свойствам различают жидкие (3%-ный раствор) и твердые (магнезия перекись, гидроперит) препараты перекиси водорода. В таблице 2 приведены основные свойства препаратов перекиси водорода.

Таблица 2

Свойства препаратов перекиси водорода

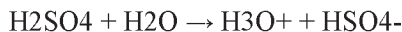
Препарат	Химическая формула	Описание	Содержание перекиси
Solutio hydrogenii peroxidi diluta – раствор перекиси водорода	$H_2O_2$	Бесцветная прозрачная жидкость без запаха, кислой реакции	3% $H_2O_2$
Magnesii peroxidum-магнезия перекись	$MgO_2 + MgO$	Белый легкий порошок, практически нерастворимый в воде	25% $MgO_2$
Hydroperitum-гидроперит	$C(NH_2)_2O \cdot H_2O_2$	Твердое вещество белого цвета, растворимое в воде	33-35% $H_2O_2$

Гидроперит легко разрушается с образованием перекиси водорода при растворении в воде. Магнезия перекись выделяет перекись водорода при действии минеральных кислот:

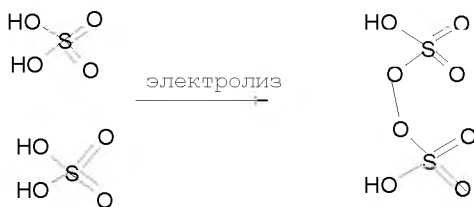


Перекись водорода впервые получена Тенаром в 1818 году при действии серной кислотой на перекись бария. В настоящее время перекись водорода получают электрохимическим окислением 40-68% растворов серной кислоты при 5-8°C.

При электролизе 40-68% растворов серной кислоты при 5-8°C:



Продуктом электролиза является надсерная (пероксодисерная) кислота:



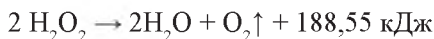
Надсерная кислота

При последующем нагревании раствора в вакууме (50 гПа или 38 мм рт. ст.) до 70-75°C она разлагается на серную кислоту и перекись водорода. Таким путем получают разбавленные растворы перекиси водорода. В вакууме она концентрируется до 30-60% растворов. 96% перекись водорода используют в жидкостных реактивных двигателях в качестве привода насосов окислителя и горючего.

Гидроперит представляет собой сольват водорода перекиси, который получают взаимодействием перекиси водорода и мочевины в растворе при пониженной температуре. Выпавший осадок отфильтровывают и сушат. Из гидроперита изготавливают таблетки по 1,5 г и 0,75 г.

В химическом отношении перекись водорода представляет собой слабую кислоту. Водные растворы ее имеют слабокислую реакцию, константа диссоциации  $1,39 \cdot 10^{-12}$ . поэтому пероксиды металлов можно рассматривать как соли перекиси водорода.

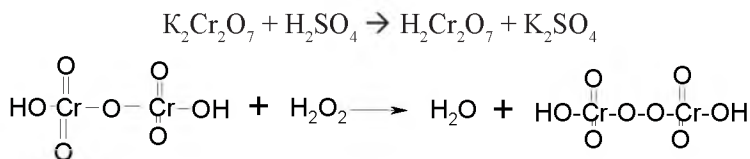
Перекись водорода проявляет как *окислительные*, так и *восстановительные* свойства. Она устойчива в чистом состоянии и в водных растворах (при обычной температуре). Однако присутствие солей тяжелых металлов, диоксида марганца, следов щелочей, окислителей и восстановителей резко ускоряют процесс разложения и могут вызвать взрыв при высокой концентрации растворов:



Разложению перекиси водорода способствуют и ферменты – каталаза, пероксидаза, содержащиеся в крови, слюне и других биологических жидкостях. Однако существуют и ряд ингибиторов этой реакции: фосфорная, щавелевая, барбитуровая и мочева кислота, мочевины, барбитал, ацетанилид. Ингибиторы используют для предотвращения разложения не только концентрированных, но и разбавленных растворов перекиси водорода. Так, ГФ Х рекомендует при приготовлении 35

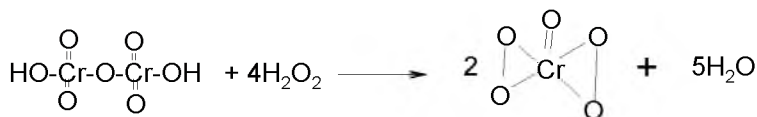
раствора перекиси водорода прибавлять 0.05% ацетанилида в качестве ингибитора. В гидроприте ингибитором служит мочеви́на.

Для установления подлинности препаратов перекиси водорода используют реакцию образования окрашенных в синий цвет перекисных соединений (смеси надхромовых кислот и пероксида хрома), растворимых в эфире. К раствору перекиси водорода, подкисленному серной кислотой, прибавляют диэтиловый эфир и несколько капель раствора дихромата калия. После взбалтывания и отстаивания *эфирный слой* окрашивается в *синий* цвет:



Надхромовая кислота

Наряду с надхромовыми кислотами в результате реакции образуется и пероксид хрома (IV):



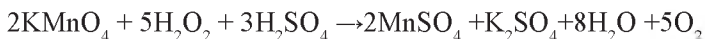
Пероксид хрома

Мочевину в растворах гидроперита открывают с помощью биуретовой реакции. Это общая реакция на мочеви́ну, амиды, имиды, полипептиды, белки. Биурет образуется при медленном нагревании мочевины до 150-160С. Вначале получается изоциановая кислота, которая реагирует с мочевиной, образуя биурет.

Взаимодействуя с солями меди (II) в щелочной среде, биурет образует растворимые внутрикомплексные соединения фиолетового цвета.

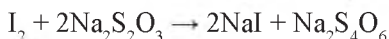
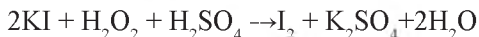
Для количественной оценки твердых и жидких препаратов перекиси водорода используют либо восстановительные, либо окислительные свойства перекиси водорода.

Количественное определение перекиси водорода по ГФ Х выполняют перманганатометрическим методом в кислой среде:



Препарат должен содержать 2,7-3,3% перекиси водорода. Количественное содержание можно установить, используя окислительные

свойства перекиси водорода, йодометрическим методом:



Количественное определение *водорода перекиси и магния перекиси в гидроперите* проводят *перманганатометрическим* методом. Определение количества перекиси водорода в таблетках гидроперита – иодометрически.

Хранят 3% раствор перекиси водорода в склянках с притертыми пробками в прохладном, защищенном от света месте.

Раствор перекиси водорода применяют в качестве антисептического средства, дезодорирующего и депигментирующего средства. Назначают для промываний, полосканий, предварительно разбавляя 3 % раствор водорода перекиси водой до 0,25%. Одна таблетка гидроперита (1,5 г) соответствует 15 мл 3 % раствора водорода перекиси.

### 2.2.2. Натрия тиосульфат

*Natrii thiosulfas – натрия тиосульфат.  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .*

Свойства. Бесцветные прозрачные кристаллы солоновато-горького вкуса. При 50°C кристаллы начинают плавиться в своей кристаллизационной воде. Натрия тиосульфат хорошо растворяется в воде, нерастворим в спирте.

Проявляет восстановительные свойства. Сильные окислители (хлор) окисляют его до сульфида натрия, слабые (йод) – до тетраionate натрия.

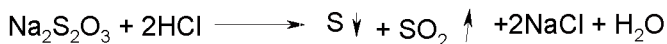
Подлинность

*На катион натрия:*

1. Окрашивание пламени в желтый цвет;
2. Реакция образования осадка с цинк-уранил-ацетатом.
3. Реакция с пикриновой кислотой (образование осадка пикрата натрия).

*На тиосульфат-анион:*

1. При добавлении к раствору тиосульфата натрия соляной кислоты наблюдается помутнение раствора вследствие выделения серы:



2. При добавлении к раствору тиосульфата натрия избытка раствора азотнокислого серебра образуется белый осадок тиосульфата серебра,

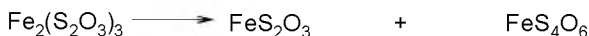
который быстро разлагается, осадок при этом желтеет, затем буреет и, наконец, становится черным (образуется сульфид серебра):



3. При добавлении хлорного железа (III) – фиолетовое, быстроисчезающее окрашивание:



Тиосульфат железа (III)



Тиосульфат железа (2)    Тетратионат железа (2)  
бесцветные соединения

4. С раствором йода обесцвечивание. Тиосульфат натрия окисляется до тетратионата натрия.

Требования к чистоте препарата. Не допускается наличие примесей мышьяка, селена, карбонатов, сульфатов, сульфидов, ионов кальция.

Количественное определение. *Йодометрический метод*. Способ прямого титрования. В качестве индикатора используется крахмал.



$f=1$

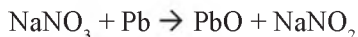
Применение в виде инъекционных растворов для лечения аллергических заболеваний, артритах, невралгиях. Противоядие при отравлении галогенами, цианидами и синильной кислотой (внутрь). Наружно для лечения кожных заболеваний.

Хранение. Тиосульфат натрия содержит кристаллизационную воду, которая легко выветривается, поэтому его следует хранить в прохладном месте в хорошо закупоренных склянках из темного стекла.



### 2.2.3. Натрия нитрит

Натрия нитрит получают восстановлением расплавленного нитрата натрия свинцом:



Промышленный способ получения натрия нитрита основан на использовании отходов производства азотной кислоты. Диоксид азота поглощают раствором карбоната натрия:



Полученную смесь солей разделяют фракционной перекристаллизацией. Вначале кристаллизуется натрия нитрат (так как он менее растворим в воде). После тщательной очистки от примесей получают лекарственное вещество.

Натрия нитрит ( $\text{NaNO}_2$ ) представляет собой белые или со слабо-желтым оттенком гигроскопичные кристаллы.

Он легко растворим в воде, трудно растворим в этаноле. Водные растворы вследствие гидролиза имеют слабощелочную реакцию (pH 9,0) и проявляют как окислительные, так и восстановительные свойства. Последние используют для испытаний подлинности и количественного определения.

Натрия нитрит даёт положительные реакции на ион натрия. Растворы натрия нитрита дают цветную реакцию с дифениламином в среде концентрированной серной кислоты. В начале происходит необратимое окисление дифениламина в дифенилбензидин:



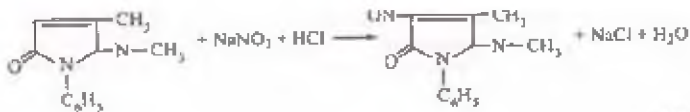
Затем молекула дифенилбензидина обратимо окисляется нитритом, нитратом (другими окислителями) до дифенилдифенохинондиимина (синее окрашивание).

Синее окрашивание при стоянии переходит в бурое, а затем в желтое.

От действия разведенной серной кислоты растворы натрия нитрита разлагаются с выделением красно-бурых паров диоксида азота:



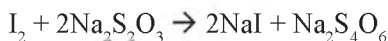
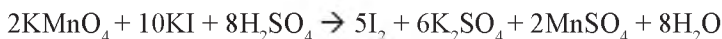
При действии на кристаллы антипирина двумя каплями разведенной хлороводородной кислоты и раствора натрия нитрита появляется зеленое окрашивание (нитрозоантипирин).



Количественное определение основано на восстановительных свойствах натрия нитрита при взаимодействии с избытком титрованного раствора перманганата калия в кислой среде:



Процесс протекает в течение 20 мин, после чего избыток перманганата калия определяют иодометрически (при добавлении иодида калия):



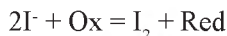
Натрия нитрит гигроскопичен, легко окисляется на воздухе, поэтому хранят его в темном месте, в хорошо закупоренных склянках из оранжевого стекла. При несоблюдении условий хранения он расплывается и желтеет вследствие выделения диоксида азота.

Натрия нитрит назначают внутрь (по 0,1-0,2 г на прием), подкожно и внутривенно (в виде 1%-ного раствора) как коронарорасширяющее средство при стенокардии.

#### 2.2.4. Йодометрия (йодометрическое титрование)

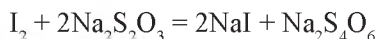
Йодометрия (йодометрическое титрование) – это метод определения окислителей косвенным титрованием заместителя - йода – стандартным раствором тиосульфата натрия.

*Сущность метода.* В основе метода лежит реакция взаимодействия йодид – ионов с окислителем Ox с образованием йода и восстановителя Red.



Йодид – ион – довольно эффективный восстановитель. Однако растворы йодида калия непосредственно не применяют в качестве титранта, так как они неустойчивы и окисляются кислородом воздуха.

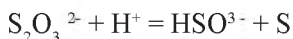
На практике к анализируемому раствору определяемого окислителя прибавляют избыток йодида калия. Йод, выделившийся в качестве заместителя в количестве, эквивалентном количеству вступившего в реакцию окислителя Ox, оттитровывают стандартным раствором тиосульфата натрия:



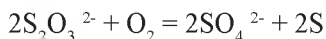
Количество израсходованного титранта – раствора тиосульфата натрия – эквивалентно количеству образовавшегося йода и, следовательно, количеству определяемого окислителя  $Ox$ , провзаимодействовавшего с иодид – ионами.

*Титрант метода.* Титрантом метода является стандартный раствор тиосульфата натрия, чаще всего с молярной концентрацией 0,1; 0,02; 0,01 моль/л. Стандартные растворы тиосульфата натрия нельзя готовить по точной навеске, так как кристаллический пентагидрат  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  при хранении частично обезвоживается. Поэтому вначале готовят раствор с приблизительной концентрацией тиосульфата натрия, а затем его стандартизуют.

Растворы тиосульфата натрия при хранении изменяют свой титр из-за неустойчивости тиосульфат-ионов, которые разлагаются в кислой среде с выделением серы (раствор мутнеет).



окисляются кислородом воздуха также с выделением свободной серы:



Тиосульфат-ионы в водном растворе разлагаются на свету и в присутствии микроорганизмов.

Растворы тиосульфата натрия наиболее устойчивы при  $pH = 9-10$ , поэтому при стабилизации растворов в них вводят небольшое количество карбоната натрия, или гидросульфата натрия.

На практике поступают следующим образом:

Для приготовления 0,1 моль/л раствора натрия тиосульфата 26 г натрия тиосульфата и 0,1 г натрия карбоната безводного растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки. Раствор оставляют на 2 сут в защищенном от света месте. При наличии осадка жидкость сливают с осадка.

1 мл раствора содержит 0,02482 г натрия тиосульфата.

Менее концентрированные растворы тиосульфата натрия готовят разбавлением дистиллированной водой 0,1 моль/л раствора. Разбавленные растворы натрия тиосульфата не подлежат длительному хранению.

Затем приготовленный раствор стандартизуют. Стандартизацию проводят по иодату калия, бромату калия, дихромату калия и другим окислителям. Чаще всего растворы тиосульфата натрия стандартизуют по стандартному раствору бихромата калия.

*Установка титра.* Около 0,15 г (точная навеска) калия бихромата, перекристаллизованного из горячей воды, мелко растертого, высу-

шенного при температуре от 130 до 150 град.С до постоянной массы, растворяют в 50 мл воды в колбе с притертой пробкой, прибавляют 2 г калия йодида, 5 мл хлористоводородной кислоты, закрывают пробкой, смоченной раствором калия йодида, и оставляют в защищенном от света месте на 10 мин. Прибавляют 100 мл воды, обмывая пробку водой, и титруют приготовленным раствором натрия тиосульфата до зеленовато-желтого окрашивания. Затем прибавляют 2 мл раствора крахмала и продолжают титровать до перехода синей окраски в светло-зеленую. Молярность раствора вычисляют по первому способу.

*Индикатор метода.* В качестве индикатора в иодометрии обычно используют свежеприготовленный 1% раствор крахмала, который прибавляют в титруемый раствор тогда, когда основная часть йода уже оттитрована раствором тиосульфата натрия и титруемый раствор приобрел зеленовато – желтую окраску. После введения крахмала раствор становится синим; продолжают его титрование до исчезновения синей окраски.

*Применение иодометрии.* Метод применяют для определения таких окислителей, как пероксид водорода  $H_2O_2$ , пероксиды натрия  $Na_2O_2$ , магния  $MgO_2$ , бария  $BaO_2$ , медь (II), дихромат калия, перманганат калия, арсенат натрия, иод и т.д.

## 2.2.5. Перманганатометрическое титрование (перманганатометрия)

*Перманганатометрическое титрование, или перманганатометрия.* — метод количественного определения веществ (восстановителей, реже — окислителей и соединений, не обладающих окислительно-восстановительными свойствами) с применением титранта — раствора перманганата калия  $KMnO_4$ . Метод — фармакопейный, включен во все известные Фармакопеи.

*Сущность метода.* Перманганат калия — сильный окислитель, обладающий интенсивной фиолетово-малиновой окраской. В зависимости от кислотности титруемого раствора окислительные свойства перманганат-иона проявляются по-разному.

*В сильноокислой среде* ( $pH < 7$ ) перманганат-ион восстанавливается до катионов марганца (II)  $Mn^{2+}$ , которые обладают очень слабой розовой окраской (практически бесцветны):



Стандартный ОВ потенциал редокс – пары  $\text{MnO}_4^-$ ,  $\text{H}^+/\text{Mn}^{2+}$  имеет довольно высокое значение и при комнатной температуре равен 1,51 В. Поэтому кислым раствором перманганата калия можно оттитровать целый ряд восстановителей, причем большинство таких ОВ реакций протекает с высокой скоростью. С ростом концентрации ионов водорода в растворе реальный потенциал рассматриваемой редокс-пары

$$E = E^\circ + (0,059/5) \lg([\text{MnO}_4^-][\text{H}^+]^5/[\text{Mn}^{2+}])$$

возрастает и эффективность перманганат – иона как окислителя повышается.

Поскольку в ОВ полуреакции участвуют 5 электронов, то молярная масса эквивалента перманганата калия как окислителя в кислой среде равна 31,608 г/моль.

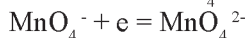
В *нейтральной среде* перманганат – ион восстанавливается до диоксида марганца  $\text{MnO}_2$ :



Стандартный ОВ потенциал редокс – пары  $\text{MnO}_4^-/\text{MnO}_2$  сравнительно невелик и при комнатной температуре равен  $E^\circ = 0,60$  В, поэтому в нейтральной среде эффективность перманганата калия как окислителя значительно ниже, чем в сильноокислых растворах. Кроме того, образующийся в результате ОВ реакции бурый осадок диоксида марганца затрудняет фиксацию КТТ, обладает развитой поверхностью и может адсорбировать определяемое вещество, что увеличивает ошибку анализа.

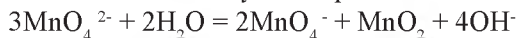
Поэтому как титрант – окислитель перманганат калия в нейтральной среде практически не применяется.

В *сильнощелочных средах* перманганат – ион восстанавливается до манганат-иона  $\text{MnO}_4^{2-}$



Образующийся манганат – ион обладает зеленой окраской умеренной интенсивности, окрашивает раствор в зеленый цвет, что затрудняет обнаружение изменения окраски раствора и фиксацию КТТ.

Манганат – ион вступает в реакцию с водой:



с образованием бурого осадка диоксида марганца и перманганат – иона, что искажает результаты анализа.

Стандартный ОВ потенциал редокс – пары  $\text{MnO}_4^-/\text{MnO}_4^{2-}$  невелик и при комнатной температуре равен  $E^\circ = 0,56$  В, т.е. в щелочных средах перманганат калия как окислитель менее эффективен, чем в кислых растворах. Кроме того, щелочные растворы способны поглощать диоксид

углерода из воздуха с образованием гидрокарбонатных соединений, что также затрудняет проведение количественного анализа.

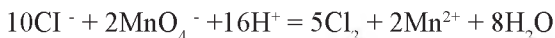
С учетом всех этих обстоятельств перманганат калия как титрант – окислитель в щелочных средах практически не применяется.

Таким образом, на основе вышеизложенного можно сделать вывод о том, что *перманганатометрическое титрование целесообразно проводить в сильноокислых средах.*

*Условия проведения перманганатометрического титрования.* При проведении перманганатометрического титрования необходимо соблюдать, по крайней мере, следующие основные условия:

1) *Влияние pH среды.* Перманганатометрическое титрование проводят в сильно кислой среде при концентрации ионов водорода  $[H_3O^+] = 1-2$  моль/л. Кислая среда создается введением серной кислоты. Азотную кислоту применять нельзя, так как она сама является сильным окислителем и может окислять определяемое вещество.

Хлороводородную кислоту в перманганатометрии также не используют, так как хлорид – ионы окисляются перманганат – ионами до хлора по схеме:



При этом часть титранта расходуется на окисление хлорид – ионов, что вызывает перерасход титранта и увеличивает ошибку анализа. В обычных условиях эта реакция идет медленно, однако ускоряется в присутствии соединений железа(II).

В сернокислой среде указанные побочные процессы отсутствуют, поэтому *перманганатометрическое титрование ведут в сернокислой среде.*

2) *Влияние температуры.* Чаще всего перманганатометрическое определение проводят при комнатной температуре. Исключением является реакция перманганат – иона с щавелевой кислотой и оксалатами, которую проводят при нагревании титруемого раствора.

3) *Фиксация конечной точки титрования.* При перманганатометрическом титровании обычно не применяют посторонний индикатор, так как сам титрант — раствор перманганата калия — обладает интенсивной малиново – фиолетовой окраской. Прибавление одной избыточной капли титранта в ТЭ приводит к окрашиванию титруемого раствора в розовый цвет. Так, чтобы придать отчетливую окраску 100 мл воды достаточно прибавить всего 0,2 мл раствора перманганата калия с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/л.

Окраска раствора в КТТ неустойчива, раствор постепенно обесцвечивается. Это происходит вследствие того, что избыточные перманганат-ионы, придающие раствору розовую окраску, взаимодействуют с образовавшимися катионами марганца(II)  $Mn^{2+}$ :



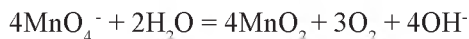
Хотя повышенная кислотность раствора способствует смещению равновесия влево, однако константа равновесия этой реакции велика и составляет  $\sim 10^{47}$ . Поэтому реакция протекает даже в кислой среде. Правда, скорость данной реакции в обычных условиях мала, поэтому окраска раствора в КТТ ослабляется медленно, в течение одной – двух минут. Тем не менее, указанное обстоятельство необходимо иметь в виду во избежание перетитрования раствора.

В некоторых (редких) случаях перманганатометрическое титрование ведут очень разбавленным раствором титранта. В такой ситуации для более четкого фиксирования КТТ в титруемый раствор вводят редокс – индикатор, например ферроин или N – фенилантраниловую кислоту.

4) *Ход титрования.* Обычно в перманганатометрии к раствору определяемого вещества медленно, по каплям прибавляют раствор титранта, для того чтобы в растворе не было локального избытка окислителя – перманганат - иона и не протекали бы побочные процессы.

Для титрования применяют бюретки со стеклянными кранами; использование резиновых трубок исключается, так как резина взаимодействует с перманганатом калия.

*Титрант метода.* Титрантом метода, как уже говорилось выше, является водный раствор перманганата калия, чаще всего – с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/л. Сам кристаллический перманганат калия обычно содержит примеси диоксида марганца. Водные растворы перманганата калия неустойчивы из-за склонности перманганат – ионов окислять воду по схеме



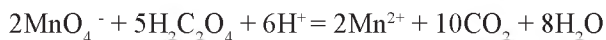
Хотя константа равновесия этой реакции довольно велика, однако в обычных условиях процесс протекает медленно, поэтому свежеприготовленный раствор перманганата калия можно использовать некоторое время в качестве титранта.

Разложение перманганат – ионов ускоряется на свету, при нагревании, под действием кислот и оснований, в присутствии катионов марганца(II)  $Mn^{2+}$ , диоксида марганца  $MnO_2$ , который осаждается на стенках сосуда, образуя темный налет.



В силу указанных обстоятельств стандартный раствор перманганата калия нельзя приготовить по точной навеске. Для получения титранта вначале готовят раствор перманганата калия с приблизительной концентрацией, например, разбавляя водой более концентрированный раствор. Поскольку дистиллированная вода всегда содержит следы различных веществ, при окислении которых перманганатом калия образуется диоксид марганца, то приготовленный первоначальный раствор перманганата калия следует либо прокипятить, охладить и профильтровать через *стеклянный фильтр*, либо выдержать длительное время (до нескольких недель) в темном месте и затем также профильтровать через *стеклянный фильтр*. После этого раствор стандартизуют.

Стандартизацию раствора перманганата калия проводят по различным установочным веществам:  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ,  $\text{As}_2\text{O}_3$ ,  $\text{KI}$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , по металлическому железу и т.д. Часто стандартизацию проводят по стандартному раствору щавелевой кислоты на основе реакции:



При комнатной температуре реакция идет медленно; она ускоряется по мере накопления катализатора – катионов марганца(II)  $\text{Mn}^{2+}$  (реакция — автокаталитическая). Поэтому исходный раствор щавелевой кислоты нагревают до 60-80°C. В начале титрования горячий раствор обесцвечивается медленно; при достижении определенной концентрации катионов марганца (II) реакция протекает быстро (практически мгновенно).

Разработаны две методики стандартизации раствора перманганата калия по стандартному раствору щавелевой кислоты.

1) Медленно титруют аликвоту раствора щавелевой кислоты, нагретого до 60-80°C, до появления устойчивой розовой окраски раствора, лишь постепенно ослабевающей при стоянии раствора в течение одной – двух минут.

При этом расход титранта занижен на 0,4% вследствие протекания побочного процесса — окисления небольшой части щавелевой кислоты кислородом воздуха.

2) К нагретому раствору щавелевой кислоты быстро прибавляют 95% требуемого объема раствора перманганата калия, нагревают смесь примерно до 60 °C и заканчивают титрование, уже медленно прибавляя оставшуюся часть стандартизуемого раствора перманганата калия до получения устойчивой розовой окраски титруемого раствора, исчезающей в течение одной – двух минут.

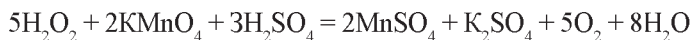
Данная методика позволяет получить результаты с меньшей ошибкой.



Стандартизованный раствор перманганата калия хранят в темной склянке в темном месте. Концентрацию раствора периодически проверяют, поскольку по причинам, описанным выше, она несколько изменяется при хранении раствора.

*Применение перманганатометрии.* Перманганатометрическое титрование применяют преимущественно для определения веществ, играющих по отношению к перманганат – иону роль восстановителей, таких, как  $\text{H}_2\text{O}_2$ ,  $\text{MgO}_2$ ,  $\text{NaNO}_2$ , металлическое железо и некоторые другие металлы, карбоновые кислоты, соединения с гидразогруппами  $\text{R}-\text{NH}-\text{NH}-\text{R}$ , для определения общей окисляемости воды и почвы (т.е. для определения суммы восстановителей, присутствующих в этих объектах).

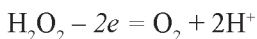
Пероксид водорода определяют прямым титрованием в сернокислой среде на основе реакции:



Титрование ведут при комнатной температуре до появления устойчивой розовой окраски раствора.

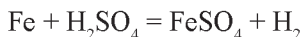
Поскольку растворы пероксида водорода неустойчивы, то иногда для их стабилизации перед титрованием в них вносится небольшое количество карбамида, который не мешает титрованию.

Молекула пероксида водорода в указанной реакции отдает два электрона:

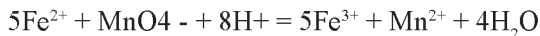


поэтому ее фактор эквивалентности равен  $1/2$ ; молярная масса эквивалента составляет  $M(1/2\text{H}_2\text{O}_2) = M(\text{H}_2\text{O}_2)/2 = 34,0147/2 = 17,0073$ .

Содержание металлического железа определяют следующим образом. Препарат, содержащий железо, обрабатывают разбавленной серной кислотой при нагревании на водяной бане. Металлическое железо растворяется и переходит в железо(II):



После растворения железа раствор *быстро* охлаждают и разбавляют водой. Отбирают аликвоту полученного раствора и определяют железо(II) перманганатометрически прямым титрованием в сернокислой среде на основе реакции:



Титрование ведут при комнатной температуре до появления устойчивой (в течение  $\sim 1$ -2 минут) розовой окраски раствора.

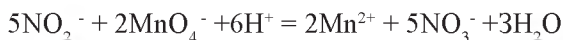
Поскольку один катион  $\text{Fe}^{2+}$  отдает один электрон, то молярная масса эквивалента железа(II) в этой реакции равна его молярной массе.

Аналогично прямым перманганатометрическим титрованием определяют железо(II) в растворах солей железа(II).

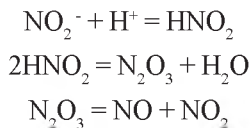
Если анализируемый объект содержит железо(III), то после его растворения железо(III) предварительно восстанавливают до железа(II) хлоридом олова(II) или металлическим цинком, либо другими восстановителями, после чего железо(II) оттитровывают раствором перманганата калия.

При наличии в растворе хлорид – ионов  $\text{Cl}^-$  во избежание их окисления перманганат – ионами в сернокислый раствор до проведения титрования вводят смесь серной, ортофосфорной кислот и сульфата марганца (смесь Рейнгарда – Циммермана). В присутствии этой смеси затормаживается окисление хлорид – ионов (по сравнению с протеканием основной реакции), железо(III) связывается в бесцветные устойчивые фосфатные комплексы, что повышает полноту протекания основной реакции и устраняет желтую окраску аквакомплексов железа(III).

В основе определения нитритов лежит реакция:



Поскольку нитрит – ион неустойчив в кислой среде и разлагается по схеме



то аликвоту стандартизованного сернокислого раствора перманганата калия титруют нейтральным раствором нитрита натрия  $\text{NaNO}_2$  до обесцвечивания титруемого раствора в соответствии с реакцией:



В данном случае собственно титрантом является анализируемый раствор нитрита натрия, а не стандартизованный раствор перманганата калия.

Нитрит-ион в этой реакции отдает два электрона:

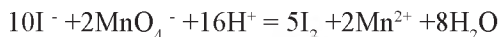


поэтому фактор эквивалентности нитрит – иона здесь равен 1/2, а молярная масса эквивалента нитрита натрия равна:

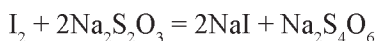
$$M(\frac{1}{2}\text{NaNO}_2) = M(\text{NaNO}_2)/2 = 68,9953/2 = 34,4976 \text{ г/моль.}$$

Нитрит натрия можно определять также методом обратного титрования. К аликвоте нейтрального раствора нитрита натрия прибавляют избыток (по сравнению со стехиометрическим количеством) раствора

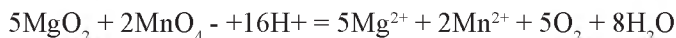
перманганата калия, серную кислоту и оставляют на некоторое время. Нитрит натрия окисляется до нитрата, а избыток перманганата калия, не вступивший в реакцию с нитрит-ионами, определяют либо титрованием раствором соли Мора (содержащим железо(II)), либо методом заместительного иодометрического титрования. В последнем случае к раствору прибавляют избыток иодида калия. Иодид – ионы окисляются перманганатом калия до иода:



Йод, образовавшийся в количестве, эквивалентном количеству избыточного перманганата калия, оттитровывают стандартным раствором тиосульфата натрия:



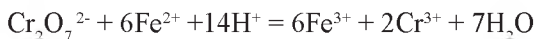
Пероксид магния  $\text{MgO}_2$  также определяют прямым перманганатометрическим титрованием на основе реакции:



Для проведения анализа навеску препарата, содержащего не менее 25% пероксида магния, растворяют в разбавленной серной кислоте и титруют раствором перманганата калия до появления розовой окраски титруемого раствора.

Перманганатометрию применяют для определения не только восстановителей, но и окислителей, используя обратное титрование.

Так, например, можно определять дихромат – ионы. Для этого к аликвоте анализируемого раствора дихромата калия  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  прибавляют известное количество раствора  $\text{FeSO}_4$ , избыточное по сравнению со стехиометрическим количеством. При этом железо(II) окисляется до железа(III):



Избыток непрореагировавшего железа (II) оттитровывают стандартным раствором перманганата калия по реакции, описанной выше.

*Общая оценка перманганатометрического титрования.* Перманганатометрия – один из самых распространенных методов ОВ титрования.

Достоинства метода:

Титрование проводится без постороннего индикатора, в широком диапазоне изменения pH раствора.

Позволяет определять большое число веществ.

Перманганат калия доступен и сравнительно недорог.

Недостатки метода: невозможность приготовления стандартного раствора титранта по точной навеске, его нестабильность при хране-

нии, необходимость строгого соблюдения условий проведения титрования, регламентируемых соответствующей аналитической методикой.

## **2.3. Лабораторные работы по теме № 11**

### **2.3.1. Лабораторная работа № 1 по теме № 11**

**Тема:** Фармакопейный анализ лекарственного препарата “Раствор водорода пероксида 3 %”

**Цель работы:** освоить способы оценки качества лекарственного препарата “Раствор водорода пероксида 3%”.

**Самостоятельная подготовка:** написать формулу перекиси водорода, его русское и латинское название, молекулярную массу; изучить физические и химические свойства данного вещества, методы установления подлинности и количественного определения, ее фармакологическое действие, лекарственные формы, применение и условия хранения.

**Объекты исследования:** Лекарственный препарат “Раствор водорода пероксид 3%”

**Оборудование:** электронные весы.

**Посуда:** пипетки Мора, пипетки, пробирки, колба коническая.

**Реактивы:** кислота серная разведенная, эфир, раствор калия дихромата,

**Индикаторы:** раствор метилового оранжевого, раствор метиленового синего.

**Титрованные растворы:** раствор калия перманганата 0,1 моль/л, раствор кислоты хлороводородной 0,02 моль/л.

**Нормативная документация (НД):** ФС

**Состав:** Водорода пероксида от 2,7 до 3,3 г в зависимости от фактического

содержания  $H_2O_2$  исходном препарате

Натрия бензоата 0,05 г

Воды очищенной до 100 мл

**Описание.** Бесцветная прозрачная жидкость без запаха.

Результат наблюдения:

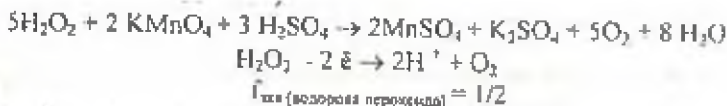
Вывод:

**Подлинность.** Реакция образования надхромовых кислот. Основана на окислении водорода пероксида калия дихроматом в кислой среде до перекисных соединений (смеси надхромовых кислот и хрома пентаоксида), которые растворимы в эфире и окрашивают его в синий цвет. Надхромовые кислоты в воде неустойчивы, быстро разлагаются с образованием сульфата хрома (III), за счет чего водный слой приобретает зеленую окраску. В эфире устойчивость перекисных соединений увеличивается.



**Методика.** К 1 мл препарата прибавляют 0,2 мл кислоты серной разведенной, 2 мл эфира, 0,2 мл раствора калия дихромата и взбалтывают. Эфирный слой окрашивается в синий цвет.

**Количественное определение. Водорода пероксид. Перманганатометрический метод.** Основан на свойстве водорода пероксида количественно окисляться калия перманганатом в кислой среде до кислорода и воды ( $\text{Mn}^{7+}$  при этом восстанавливается до  $\text{Mn}^{2+}$ ).



**Методика.** 1 мл препарата помещают в колбу для титрования, прибавляют 5 мл кислоты серной разведенной и титруют раствором калия перманганата (0,1 моль/л) УЧ (1/5  $\text{KMnO}_4$ ) до слабо-розового окрашивания.

М.м. водорода пероксида = 34,01

Предварительный расчет объема титранта:

1. М.м. водорода пероксида = 34,01
2.  $f_{\text{экв}}$  водорода пероксида =  $1/2$

3. М.м. экв водорода пероксида = М.м. водорода пероксида \* f экв водорода пероксида =  $34,01 \cdot \frac{1}{2} = 17,005$

4. Т водорода пероксида/ $\text{KMnO}_4$  =  $17,005 \cdot 0,1/1000 = 0,001701$  г/мл

5. Содержание  $\text{H}_2\text{O}_2$  в граммах в 1 мл 3% раствора:

3 г  $\text{H}_2\text{O}_2$  – в 100 мл

y – в 1 мл

$y = 3 \cdot 1/100 = 0,03$  г

V  $\text{KMnO}_4$  =  $0,03/0,001701 = 17,64$  мл

Расчет фактического содержания  $\text{H}_2\text{O}_2$  в % и г проводится по формуле

соответственно:

$X(\%) = V \text{ KMnO}_4 \cdot K \text{ KMnO}_4 \cdot T \text{ H}_2\text{O}_2/\text{KMnO}_4 \cdot 100 / a$

$X(\text{г}) = V \text{ KMnO}_4 \cdot K \text{ KMnO}_4 \cdot T \text{ H}_2\text{O}_2/\text{KMnO}_4 / a$

Результаты анализа:

№	Объем лекарственного препарата взятый на анализ, мл	Объем $\text{KMnO}_4$ пошедший на титрование, мл	Фактическое содержание $\text{H}_2\text{O}_2$ в ЛП	
			%	г
1				
2				
3				

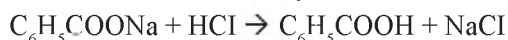
*Расчет погрешности титриметрических методов анализа.*

Погрешность титриметрических методов анализа не должна превышать 0,5%

Согласно требованиям ФС содержание водорода пероксида в лекарственном препарате должно быть 2,7-3,3%

Вывод:

*Натрия бензоат. Ацидиметрический метод.* Основан на свойстве сильной кислоты вытеснять более слабую из ее соли.



*Методика.* 10 мл лекарственного препарата помещают в колбу для титрования, прибавляют 5 мл эфира, 2 капли раствора метилового оранжевого, 1 каплю раствора метиленового синего и титруют раствором кислоты хлористоводородной (0,02 моль/л) до фиолетового окрашивания водного слоя.

М.м. натрия бензоата = 144,11

*Предварительный расчет объема титранта:*

1. М.м. натрия бензоата = 144,11
2.  $f_{\text{экв}} \text{ натрия бензоата} = \frac{1}{2}$
3. М.м. экв натрия бензоата = М.м. натрия бензоата \*  $f_{\text{экв}} \text{ натрия бензоата}$  = 144,11\*1 = 144,11
4. Т натрия бензоата/HCl = 144,1\*0,02/1000 = 0,002882 г/мл
5. Содержание натрия бензоата в граммах в 10 мл лекарственного препарата:  
0,05 г натрия бензоата – в 100 мл  
у – в 10 мл  
 $u = 0,05 \cdot 10 / 100 = 0.005 \text{ г}$   
 $V_{\text{HCl}} = 0.005 / 0.002882 = 1,73 \text{ мл}$

Расчет фактического содержания натрия бензоата в % и г проводится по формуле соответственно:

$$X(\%) = V_{\text{HCl}} \cdot K_{\text{HCl}} \cdot T_{\text{натрия бензоата/HCl}} \cdot 100 / a$$

$$X(\text{г}) = V_{\text{HCl}} \cdot K_{\text{HCl}} \cdot T_{\text{натрия бензоата/HCl}} / a$$

Результаты анализа:

№	Объем лекарственного препарата взятый на анализ, мл	Объем HCl 0.02 моль/л пошедший на титрование, мл	Фактическое содержание натрия бензоата в ЛП	
			%	г
1				
2				
3				

*Расчет погрешности титриметрических методов анализа.*

Погрешность титриметрических методов анализа не должна превышать 0,5%

Согласно требованиям ФС содержание натрия бензоата в лекарственном препарате должно быть 0,0424 – 0,0575%

Вывод:

### 2.3.2. Лабораторная работа № 2 по теме № 11

**Тема:** “Фармакопейный анализ субстанции натрия тиосульфата”.

**Цель работы.** Освоить способы оценки качества субстанции натрия тиосульфата.

**Самостоятельная подготовка.** Написать формулу натрия тиосульфата. Изучить физические и химические свойства данного веществ, методы установления подлинности и количественного определения, их фармакологическое действие, формы применения, условия хранения.

**Объект исследования:** натрия тиосульфат (субстанция).

**Оборудование:** электронные весы, аналитические весы, спиртовка.

**Посуда:** пипетки Мора, пипетки, пробирки, колба коническая, колба мерная, цилиндр

**Реактивы:** спирт этиловый 95%, раствор цинк –уранил - ацетата, кислоты хлористоводородная разведенная, кислота хлористоводородная концентрированная, раствор серебра нитрата, кислота азотная разведенная, кислота азотная концентрированная, раствор аммиака, раствор натрия нитропрусида, раствор аммония оксалата, раствор аммония хлорида, раствор натрия сульфида,

**Индикаторы:** раствор фенолфталеина, раствор крахмала.

**Титрованные растворы:** 0,1М раствор йода

**Нормативная документация (НД):** ГФ Х, Ст. 441

## 1. Физические свойства субстанции натрия тиосульфата.

**Описание:** бесцветные прозрачные кристаллы без запаха, солоновато горького вкуса. В теплом сухом воздухе выветривается, во влажном воздухе слегка расплывается. При температуре около 50°С плавится в кристаллизационной воде.

Результат наблюдения:

Вывод:

**Растворимость.** Очень легко растворим в воде, практически не растворим в спирте этиловом 95%.

Условный термин растворимости	Количество вещества (г) и количество растворителя (мл) min и max	Заключение о соответствии /несоответствии требованиям НД
Очень легко растворим в воде		
Практически не растворим в спирте этиловом 95%.		

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:



## 2. Подлинность натрия тиосульфата.

### 2.1. Ион натрия.

2.1.1. Согласно ГФ Х1 (вып. 1, с. 162) для обнаружения иона натрия следует взять на анализ 1 мл раствора соли, содержащей 0,01-0,03 г иона натрия. Необходимо рассчитать, какое количество натрия тиосульфата (X) в граммах следует взять для изготовления данной пробы:

$$X_{\min} = \text{М.м. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 0,01 / \text{А.м. Na}^+ =$$

$$X_{\max} = \text{М.м. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 0,03 / \text{А.м. Na}^+ =$$

Приготовление раствора: \_\_\_\_\_ г (ручные весочки) натрия тиосульфата растворяют в \_\_\_\_\_ мл воды.

К 1 мл полученного раствора, подкисленному кислотой уксусной, прибавляют 0,5 мл раствора цинк-уранил-ацетата. Образуется желтый кристаллический осадок:



Результат наблюдения:

Вывод:

2.1.2. Соль натрия, смоченная кислотой хлористоводородной, внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в желтый цвет.

Результат наблюдения:

Вывод:

### 2.2. Тиосульфат-ион.

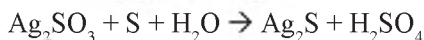
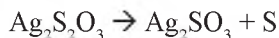
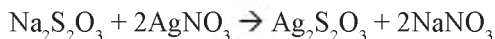
2.2.1. К раствору 0,1 г натрия тиосульфата в 2 мл воды прибавляют 0,1 мл кислоты хлористоводородной. Через некоторое время раствор мутнеет вследствие выделения серы (отличие от солей сернистой кислоты) с одновременным образованием диоксида серы, обнаруживаемого по запаху:



Результат наблюдения:

Вывод:

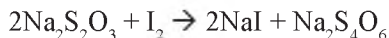
2.2.2. 0,1 г натрия тиосульфата растворяют в 2 мл воды, прибавляют 4 мл 0,1М раствора серебра нитрата, образуется белый осадок, быстро переходящий в желтый, бурый и наконец в черный:



Результат наблюдения:

Вывод:

- 2.2.3. 0,1 г натрия тиосульфата растворяют в 2 мл воды, прибавляют 4 мл 0,1 М раствора йода, реактив обесцвечивается:



Результат наблюдения:

Вывод:

### 3. Испытания на чистоту натрия тиосульфата.

- 3.2.1. Прозрачность раствора.** Раствор 3 г вещества в 10 мл воды должен быть прозрачным или выдерживать испытания с эталонным раствором I.

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

- 3.1. Цветность раствора.** 5 мл этого же раствора должны быть бесцветными.

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

- 3.2. Щелочность.** Растворяют 0,5 г вещества в 5 мл воды, прибавляют 2 капли раствора фенолфталеина, раствор не должен окрашиваться в розовый цвет.

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

- 3.3. Хлориды.** Растворяют 1 г вещества в фарфоровой чашке в 15 мл воды, прибавляют 3 мл кислоты азотной и выпаривают на водяной бане досуха. Остаток обрабатывают 25 мл воды и фильтруют. 10 мл фильтрата должны выдерживать испытание на хлориды (не более 0,005%).

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

- 3.4. Сульфиты, сульфаты.** Растворяют 0,1 г вещества в 1 мл воды, прибавляют 4,5 мл 0,1 М раствора йода до желтого окрашивания раствора. Последний не должен обнаруживать кислой реакции (бумага индикаторная pH 8,2). К тому же раствору прибавляют 2 мл

воды и 1 мл раствора бария нитрата. Жидкость должна оставаться прозрачной.

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

- 3.5. Сульфиды.** Растворяют 1,0 г вещества в 10 мл воды, прибавляют 1 каплю раствора аммиака и 1 каплю раствора натрия нитропрусида. Не должно появляться фиолетовое окрашивание.

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

- 3.6. Кальций.** Раствор 1,0 г вещества в 10 мл воды не должен давать реакции на кальций.

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

- 3.7. Тяжелые металлы.** К 1,5 г вещества прибавляют 10 мл кислоты хлористоводородной разведенной и упаривают на водяной бане досуха. К остатку прибавляют 60 мл воды и кипятят до полной коагуляции серы, пока раствор над осадком не сделается прозрачным (20-30 мин). Затем раствор охлаждают, фильтруют и упаривают до объема 30 мл. 10 мл этого раствора должны выдерживать испытание на тяжелые металлы (не более 0,001%).

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

- 3.8. Железо.** Отмеренные 10 мл того же раствора (см. 3.8) не должны содержать железа более чем 3,5 мл эталонного раствора В, разведенные водой до 10 мл (не более 0,002%).

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

- 3.9. Мышьяк и селен.** Смешивают 5 г вещества с 10 мл кислоты азотной и выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха. К остатку прибавляют 10 мл кислоты хлористоводородной, нагревают на водяной бане в течение 20 мин и по охлаждении фильтруют. В фильтрате определяют мышьяк и селен по методу 2; не должно быть ни побурения, ни покраснения жидкости.

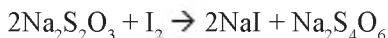
Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

#### 4. Количественное определение натрия тиосульфата

Около 0,5 г вещества (точная масса) растворяют в 25 мл воды и титруют 0,1М раствором йода (индикатор - крахмал) до синего окрашивания:



1мл 0,1 М раствора йода соответствует 0,02482 г натрия тиосульфата, которого должно быть **не менее 99,0% и не более 102,0%**.

М.м.  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  =

Предварительный расчет объема титранта:

М.м.  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  =

f экв  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  =

М.м. экв  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  = М.м.  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  \* f экв  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  =

T  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  /  $\text{I}_2$  =

V  $\text{I}_2$  = X\*a/K\*T\*100 =

Расчет фактического содержания натрия тиосульфата в % в субстанции натрия тиосульфат проводится по формуле:

$X(\%) = V \text{I}_2 * K \text{I}_2 * T \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 / \text{I}_2 * 100 / a$

Результаты анализа:

№	Масса навески, взятая на анализ, г	Объем $\text{I}_2$ пошедший на титрование, мл	Фактическое содержание натрия тиосульфата в ЛП	
			%	
1				
2				
3				

*Расчет погрешности титриметрических методов анализа.*

Погрешность титриметрических методов анализа не должна превышать 0,5%

Согласно требованиям ГФ содержание натрия тиосульфата в субстанции натрия тиосульфат должно быть **не менее 99,0% и не более 102,0%**.

Вывод:

### 2.3.3. Лабораторная работа № 3 по теме № 11

**Тема:** “Фармакопейный анализ субстанции натрия нитрита”.

**Цель работы.** Освоить способы оценки качества субстанции натрия нитрита.

**Самостоятельная подготовка.** Написать формулу натрия нитрита. Изучить физические и химические свойства данного вещества, методы установления подлинности и количественного определения, его фармакологическое действие, формы применения, условия хранения.

**Объект исследования:** натрия нитрит (субстанция).

**Оборудование:** электронные весы, аналитические весы, электрическая плитка, водяная баня.

**Посуда:** пипетки Мора, пипетки, пробирки, колба коническая, колба мерная, цилиндр.

**Реактивы:** спирт этиловый 95%, раствор цинк –уранил - ацетата, кислота хлористоводородная разведенная, кислота хлористоводородная концентрированная, раствор дифениламина, кислота серная разведенная, антипирин (субстанция), кислота азотная разведенная, кислота азотная концентрированная, раствор серебра нитрата, хлорид аммония (субстанция), раствор бария хлорида, раствор натрия сульфида, калия йодид (субстанция).

**Индикаторы:** крахмала раствор.

**Титрованные растворы:** раствор перманганата калия 0,1 н., раствор тиосульфата натрия 0,1 н.

**Нормативная документация (НД):** ГФ X, Ст.434

#### 1. Физические свойства субстанции натрия нитрита.

**Описание:** белые или белые со слабым желтоватым оттенком кристаллы. Гигроскопичен. Водный раствор имеет слабощелочную реакцию.

Результат наблюдения:

Вывод:

**Растворимость.** Легко растворим в воде, трудно растворим в спирте этиловом.

Условный термин растворимости	Количество вещества (г) и количество растворителя (мл) min и max	Заключение о соответствии /несоответствии требованиям НД
Легко растворим в воде		
Трудно растворим в спирте этиловом.		

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

## 2. Подлинность натрия нитрита.

### 2.1. Ион натрия.

2.1.1. Согласно ГФ Х1 (вып. 1, с. 162) для обнаружения иона натрия следует взять на анализ 1 мл раствора соли, содержащей 0,01-0,03 г иона натрия. Необходимо рассчитать, какое количество натрия нитрита (X) в граммах следует взять для изготовления данной пробы:

$$X_{\min} = M.м. NaNO_2 \cdot 0,01 / A.м. Na^+ =$$

$$X_{\max} = M.м. NaNO_2 \cdot 0,03 / A.м. Na^+ =$$

Приготовление раствора: \_\_\_\_\_ г (ручные весочки) натрия нитрита растворяют в \_\_\_\_\_ мл воды.

К 1 мл полученного раствора, подкисленному кислотой уксусной, прибавляют 0,5 мл раствора цинк-уранил-ацетата. Образуется желтый кристаллический осадок:



Результат наблюдения:

Вывод:

2.1.2. Соль натрия, смоченная кислотой хлористоводородной, внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в желтый цвет.

Результат наблюдения:

Вывод:

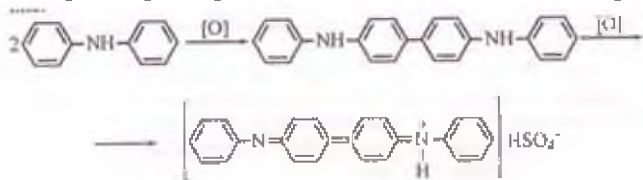
### 2.2. Нитрит ион.

2.2.1. Согласно ГФ Х1 (вып. 1, с. 162) для обнаружения нитрит иона следует взять на анализ 1 мл раствора соли, содержащей 0,001 г нитрит иона. Необходимо рассчитать, какое количество натрия нитрита (X) в граммах следует взять для изготовления данной пробы:

$$X = M.м. NaNO_2 \cdot 0,001 / A.м. NO_2^- =$$

Приготовление раствора: \_\_\_\_\_ г (ручные весочки) натрия нитрита растворяют в \_\_\_\_\_ мл воды.

К 1 мл раствора, содержащего 0,001 г иона нитрита в 1 мл, прибавляют 2 капли раствора дифениламина; появляется синее окрашивание.

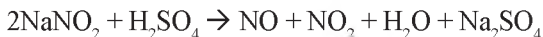


Результат наблюдения:

Вывод:

Расчеты по заданиям 2.2.2. и 2.2.3. необходимо провести в соответствии с примером 2.2.1.

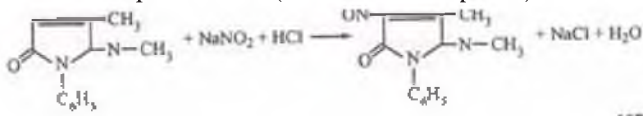
2.2.2. К препарату (около 0,03 г иона нитрита) прибавляют 1 мл разведенной серной кислоты; выделяются желто - бурые пары (отличие от нитратов).



Результат наблюдения:

Вывод:

2.2.3. Несколько кристаллов антипирина растворяют в фарфоровой чашке в 2 каплях разведенной хлористоводородной кислоты, прибавляют 2 капли раствора нитрита (около 0,001 г иона нитрита); появляется зеленое окрашивание (отличие от нитратов).



Результат наблюдения:

Вывод:

### Испытания на чистоту натрия нитрита.

**2.3. Хлориды.** 0,2 г препарата растворяют в 3 мл воды, прибавляют 2 мл азотной кислоты, смесь нагревают до прекращения выделения бурых паров и по охлаждению разбавляют водой до 10 мл. Полученный раствор должен выдержать испытание на хлориды (не более 0,01% в препарате).

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

**2.4. Сульфаты.** К 2 г препарата в фарфоровой чашке прибавляют 2 г хлорида аммония и 10 мл воды. Смесь выпаривают на водяной бане

досуха, прибавляют 5 мл воды и снова выпаривают. Сухой остаток растворяют в 20 мл воды. 10 мл этого раствора должны выдерживать испытание на сульфаты (не более 0,01% в препарате).

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

- 2.5. Тяжелые металлы.** 10 мл того же раствора (см.3.2.) должны выдерживать испытание на тяжелые металлы (не более 0,0005% в препарате).

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

- 2.6. Мышьяк.** 0,12 г препарата должны выдерживать испытание на мышьяк (не более 0,0004% в препарате).

Методика:

Результат наблюдения:

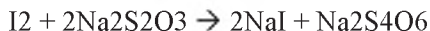
Вывод:

### **3. Количественное определение натрия нитрита.**

Около 1,0 г вещества (точная масса) растворяют в воде в мерной колбе емкостью 100 мл и раствор доводят водой до метки. 10 мл этого раствора медленно вливают в смесь из 40 мл 0,1 н раствора перманганата калия, 300 мл воды и 25 мл разведенной серной кислоты. Через 20 минут к жидкости прибавляют 2 г йодида калия и выделившийся йод титруют 0,1 н раствором тиосульфата натрия (индикатор – крахмал).

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 н раствора тиосульфата натрия соответствует 0,003450 г  $\text{NaNO}_2$ , которого в препарате должно быть не менее 98,0 % и не более 100,5 %.



М.м.  $\text{NaNO}_2 = 69,00$

*Предварительный расчет объема титранта:*

М.м.  $\text{NaNO}_2 = 69,00$

$f_{\text{экв}} \text{NaNO}_2 =$

М.м. экв  $\text{NaNO}_2 = \text{М.м. NaNO}_2 \cdot f_{\text{экв}} \text{NaNO}_2 =$

$T =$

$V \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ пред} =$



Расчет фактического содержания натрия нитрита в % в субстанции натрия нитрита проводится по формуле:

$$X(\%) =$$

Результаты анализа:

№	Масса навески, взятая на анализ, г	Объем Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> пошедший на титрование, мл	Фактическое содержание натрия нитрита в ЛП	
			%	
1				
2				
3				

V Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> контрольный =

*Расчет погрешности титриметрических методов анализа.*

Погрешность титриметрических методов анализа не должна превышать 0,5%

1 мл 0,1 н раствора тиосульфата натрия соответствует 0,003450 г NaNO<sub>2</sub>, которого в препарате должно быть **не менее 98,0% и не более 100,5 %**.

Вывод:

## ПРИЛОЖЕНИЕ

### ПРИЛОЖЕНИЕ № 1

#### ПРИМЕРЫ БИЛЕТОВ ВХОДНОГО КОНТРОЛЯ ПО ТЕМЕ № 11

##### Билет 1

1. Каково применение в медицинской практике препаратов водорода пероксида?

2. Как проводится количественное определение препарата натрия тиосульфата? Приведите уравнение химической реакции, фактор эквивалентности и индикатор.

##### Билет 2

1. Напишите химическую формулу и латинское название препарата натрия нитрита. Опишите его физические свойства, условия хранения.

2. Приведите уравнения химических реакций, протекающих при количественном определении магния пероксида.

### **Билет 3**

1. Как можно установить подлинность магния пероксида? Приведите уравнения химических реакций.

2. Каким методом проводят количественное определение натрия нитрита? Приведите уравнения химических реакций.

### **Билет 4**

1. Приведите уравнения химических реакций, используемых для идентификации мочевины в растворах гидроперита. Для каких соединений эта реакция является общей?

2. Как хранят 3% растворы водорода пероксида? Что способствует разложению препарата? Каково применение этого препарата?

### **Билет 5**

1. Приведите химическую формулу, латинское название натрия тиосульфата. Опишите его физические свойства и условия хранения.

2. Какие факторы влияют на устойчивость водорода пероксида? Ответ подтвердите уравнением реакции.

### **Билет 6**

1. Какую реакцию используют для установления подлинности водорода пероксида?

2. Каково применение натрия тиосульфата? Какие соединения образуются при взаимодействии натрия тиосульфата с цианидами, солями тяжелых металлов и иодом? Приведите уравнения соответствующих химических реакций.

### **Билет 7**

1. Приведите уравнения химических реакций взаимодействия натрия тиосульфата с раствором нитрата серебра. Для каких целей используют эту химическую реакцию в фармакоанализе?

2. Как в настоящее время проводят синтез препаратов водорода пероксида и гидроперита?

### **Билет 8**

1. Когда впервые был получен препарат натрия тиосульфат? Каковы источники его получения? Приведите примеры возможных примесей в препарате.

2. Какой метод используют для количественной оценки натрия нитрита? Приведите уравнения соответствующих реакций.

### Билет 9

1. Приведите химические формулы и латинские названия препаратов водорода пероксида. Каково содержание пероксида водорода в них (в %)?

2. Какой метод используют для количественной оценки магния пероксида? Приведите уравнения химических реакций.

### Билет 10

1. Приведите химическую формулу, латинское название натрия нитрита. Обоснуйте условия его хранения. Какие процессы происходят при их несоблюдении?

2. Приведите уравнения химических реакций при иодометрическом количественном определении водорода пероксида.

### Билет 11

1. Опишите физические свойства натрия тиосульфата. Обоснуйте условия его хранения.

2. Приведите уравнения химических реакций образования надхромовых кислот и пероксида хрома. Какие препараты идентифицируют по этой реакции?

### Билет 12

1. Как можно установить подлинность натрия нитрита? Приведите уравнения химических реакций.

2. С чем связана особая тщательность при испытании на чистоту натрия тиосульфата? Как правильно провести испытание, если 30% водный раствор препарата должен быть прозрачным и бесцветным?

### Билет 13

1. Как можно провести обнаружение мочевины в растворах гидроперита? Приведите уравнения соответствующих реакций.

2. Как приготовить 200 мл раствора пероксида водорода (3%) из раствора пергидроля (30%)?

### Билет 14

1. Приведите химические формулы и латинские названия препаратов водорода пероксида. Каково содержание пероксида водорода в них (в %)?

2. Какие способы определения примеси мышьяка Вам известны? В чем преимущества и недостатки этих методов?

### **Билет 15**

1. Какие препараты водорода пероксида включены в ГФ? Приведите их латинские названия, химические формулы.

2. Какими химическими реакциями можно доказать подлинность препаратов натрия тиосульфата?

### **Билет 16**

1. Когда впервые был получен препарат натрия тиосульфат? Каковы источники и способы получения натрия тиосульфата?

2. Какой химической реакцией можно доказать присутствие бензоата в препарате водорода пероксид? Какова его роль?

## **ПРИЛОЖЕНИЕ № 2**

### **Тестовые задания по фармацевтической химии по теме № 11**

#### **1. Ион натрия в натрия тиосульфате можно обнаружить:**

- А) окрашиванием бесцветного пламени горелки в желтый цвет;
- Б) реактивом Несслера;
- В) раствором цинк – уранил – ацетата в присутствии уксусной кислоты;
- Г) раствором калия перманганата;
- Д) раствором натрия гидроксида

#### **2. Соль натрия тиосульфата, смоченная кислотой хлористоводородной и внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в:**

- А) зеленый цвет
- Б) желтый цвет
- В) фиолетовый цвет
- Г) пурпурно – красный цвет
- Д) кирпично – красный цвет

#### **3. Натрия тиосульфат представляет собой по показателю “Описание”**

- А) бесцветные прозрачные кристаллы без запаха, солоновато – горького вкуса
- Б) бесцветные прозрачные кристаллы с запахом сероводорода, солоновато – горького вкуса
- В) белый кристаллический порошок без запаха
- Г) белый или белый с желтоватым оттенком кристаллический порошок
- Д) белую аморфную массу

**4. Натрия тиосульфат согласно ГФ Х, Ст.441**

- А) легко растворим в воде, практически не растворим в спирте
- Б) легко растворим в воде, мало растворим в спирте
- В) очень легко растворим в воде, не растворим в спирте, эфире, хлороформе
- Г) очень легко растворим в воде, практически не растворим в спирте
- Д) нет правильного ответа

**5. Натрия тиосульфат используется в медицине в качестве:**

- А) детоксицирующего и десенсибилизирующего средства
- Б) рвотного средства
- В) противовоспалительного средства
- Г) иммуностимулирующего и иммуномодулирующего средства
- Д) желчегонного средства

**6. Химическая формула кристаллогидрата натрия тиосульфата:**

- А)  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$
- Б)  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
- В)  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- Г)  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- Д)  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

**7. Для натрия тиосульфата характерны:**

- А) окислительные свойства
- Б) восстановительные свойства
- В) как окислительные, так и восстановительные свойства

**8. Подлинность тиосульфат иона в натрия тиосульфате определяют по:**

- А) выделению серы и запаха от прибавления нескольких капель соляной кислоты;
- Б) образованию белого, а затем черного осадка от прибавления 4 мл 0,1М раствора серебра нитрата
- В) обесцвечиванию 0,1М раствора йода
- Г) взаимодействию с солями меди, железа и ртути
- Д) верно все

**9. Фармакопейный метод количественного определения натрия тиосульфата:**

- А) йодиметрия
- Б) йодометрия
- В) цериметрия
- Г) меркуриметрия
- Д) перманганатометрия

**10. Натрия нитрит представляет собой по показателю “Описание”**

- А) бесцветные прозрачные кристаллы без запаха, солоновато – горького вкуса
- Б) бесцветные прозрачные кристаллы с запахом сероводорода, солоновато – горького вкуса
- В) белый кристаллический порошок без запаха
- Г) белые или белые со слабым желтоватым оттенком кристаллы
- Д) белую аморфную массу

**11. Ион натрия в натрия нитрите можно обнаружить:**

- А) окрашиванием бесцветного пламени горелки в желтый цвет;
- Б) реактивом Несслера;
- В) раствором цинк – уранил – ацетата в присутствии уксусной кислоты;
- Г) раствором калия перманганата;
- Д) раствором натрия гидроксида

**12. Подлинность нитрит иона в натрия нитрите определяют по:**

- А) выделению серы и запаха от прибавления нескольких капель соляной кислоты;
- Б) образованию белого, а затем черного осадка от прибавления 4 мл 0,1М раствора серебра нитрата
- В) обесцвечиванию 0,1М раствора йода
- Г) взаимодействию с солями меди, железа и ртути
- Д) возникновению синего окрашивания при взаимодействии с раствором дифениламина в среде концентрированной серной кислоты

**13. Количественное определение натрия нитрита проводят с помощью метода:**

- А) йодиметрии
- Б) йодометрии
- В) обратной перманганатометрии
- Г) меркуриметрии
- Д) прямой перманганатометрии

**14. Для натрия нитрита характерны:**

- А) окислительные свойства
- Б) восстановительные свойства
- В) как окислительные, так и восстановительные свойства

**15. Подлинность нитрит иона в натрия нитрите определяют по:**

- А) возникновению синего окрашивания при взаимодействии с раствором дифениламина в среде концентрированной серной кислоты
- Б) возникновению зеленого окрашивания при взаимодействии в кислой среде с кристаллами антипирина
- В) по появлению пятна синего цвета на йодкрахмальной индикаторной бумаге
- Г) выделению желто-бурых паров при взаимодействии с серной кислотой
- Г) верно все

**16. В химическом отношении водорода перекись представляет собой:**

- А) очень слабую кислоту
- Б) сильную кислоту
- В) очень слабое основание
- Г) очень сильное основание
- Д) нет правильного ответа

**17. Водные растворы перекиси водорода имеют:**

- А) кислую реакцию
- Б) слабокислую реакцию
- В) щелочную реакцию
- Г) сильнощелочную реакцию
- Д) нет правильного ответа

**18. Лекарственный препарат “Раствор перекиси водорода” должен содержать:**

- А) 2,7 – 3,3% водорода перекиси
- Б) 8,2 – 9,8% водорода перекиси
- В) 7,7 – 8,3% водорода перекиси
- Г) 10,7 – 13,3% водорода перекиси
- Д) 1,7 – 2,8% водорода перекиси

**19. Одна таблетка гидроперита (1,5 г) соответствует:**

- А) 5 мл 3% раствора водорода перекиси
- Б) 10 мл 3% раствора водорода перекиси
- В) 15 мл 3% раствора водорода перекиси
- Г) 30 мл 3% раствора водорода перекиси
- Д) 100 мл 3% раствора водорода перекиси

**20. Раствор перекиси водорода применяют в качестве:**

- А) детоксицирующего и десенсибилизирующего средства
- Б) рвотного средства
- В) противовоспалительного средства
- Г) антисептического и дезодорирующего средства
- Д) желчегонного средства

**21. Лекарственный препарат “Гидроперит” должен содержать:**

- А) 27 – 33% водорода перекиси
- Б) 82 – 98% водорода перекиси
- В) 77 – 83% водорода перекиси
- Г) 33 – 35% водорода перекиси
- Д) 2,7 – 3,3% водорода перекиси

**22. Лекарственный препарат “Магния перекись” должен содержать:**

- А) 33% водорода перекиси
- Б) 98% водорода перекиси
- В) 83% водорода перекиси
- Г) 25% водорода перекиси
- Д) 3,3% водорода перекиси



**23. Установите соответствие: Лекарственный препарат – Описание.**

- 1) Раствор водорода перекиси
- 2) Магния перекись
- 3) Гидроперит
- А) Бесцветная прозрачная жидкость без запаха
- Б) Белый легкий порошок, практически нерастворим в воде
- В) Белый кристаллический порошок, легко растворимый в воде

**24. Для перекиси водорода характерны:**

- А) окислительные свойства
- Б) восстановительные свойства
- В) как окислительные, так и восстановительные свойства

**25. Из перечисленных лекарственных веществ проявляют как окислительные, так и восстановительные свойства:**

- А) калия перманганат
- Б) калия йодид
- В) калия бромид
- Г) натрия нитрит
- Д) нет правильного ответа

**26. Перманганатометрическое титрование применяют для следующих веществ:**

- А) перекись водорода
- Б) натрия нитрит
- В) соединения с гидразогруппами
- Г) карбоновые кислоты
- Д) верно все

**27. ГФ XI в качестве стабилизатора пероксида водорода использует:**

- А) натрия бензоат
- Б) кислоту бензойную
- В) натрия гидрокарбонат
- Г) раствор натрия гидроксида
- Д) кислоту хлористоводородную

**28. Раствор натрия тиосульфата для инъекций стабилизируют с помощью:**

- А) натрия метабисульфита
- Б) кислоты хлороводородной
- В) натрия гидроксида
- Г) натрия гидрокарбоната
- Д) натрия хлорида

**29. При оценке качества раствора натрия тиосульфата для инъекций ГФ регламентируется определение:**

- А) хлоридов
- Б) сульфатов
- В) щелочности
- Г) сульфитов
- Д) кислотности

**30. Фактор эквивалентности калия перманганата как окислителя в кислой среде равен:**

- А) 1
- Б)  $1/2$
- В)  $1/4$
- Г)  $1/5$
- Д)  $1/6$

**31. Перманганатометрическое титрование проводят в:**

- А) азотнокислой среде
- Б) солянокислой среде
- В) сернокислой среде
- Г) уксуснокислой среде
- Д) щелочной среде

### **ПРИЛОЖЕНИЕ № 3**

#### **Задачи по теме 11.**

1. Приведите уравнение реакции количественного определения натрия нитрита ( $M.M. = 69,0$ ) методом перманганатометрии. Укажите индикатор, переход его окраски в точке конца титрования.

А) Рассчитайте молярную массу эквивалента, титр по определяемому веществу навеску натрия нитрита, чтобы на титрование пошло 20 мл 0,1 моль/л (УЧ 1/5  $\text{KMnO}_4$ ) раствора калия перманганата ( $K = 1,01$ )

Б) Рассчитайте содержание натрия нитрита (%), если навеску массой 0,9874 г довели водой до метки в мерной колбе вместимостью 100,0 мл. К аликвоте объемом 10,0 мл добавлено 40,0 мл 0,1 моль/л (УЧ 1/5  $\text{KMnO}_4$ ) раствора калия перманганата ( $K = 1,00$ ), на титрование избытка которого израсходовано 11,5 мл 0,1 моль/л раствора натрия тиосульфата ( $K = 0,98$ ). На титрование контрольного опыта пошло 40,8 мл того же титранта.

В) Рассчитайте объем 0,1 моль/л раствора натрия тиосульфата ( $K = 0,99$ ), который пойдет на титрование избытка 0,1 моль/л (УЧ 1/5  $\text{KMnO}_4$ ) раствора калия перманганата ( $K = 1,02$ ), добавленного в количестве 50,0 мл к 10,0 мл аликвоты. Для анализа навеску натрия нитрита массой 1,0213 г довели водой до метки в мерной колбе вместимостью 100,0 мл.

**Ответы:**

А) 34,50 г/моль; 0,003450 г/мл; 0,07 г

Б) 100,3%

В) 22,2 мл

2. Приведите уравнение реакции количественного определения пероксида водорода (М.м. = 34,01) методом перманганатометрии. Укажите индикатор, переход его окраски в точке конца титрования.

А) Рассчитайте молярную массу эквивалента, титр по определяемому веществу навеску 3,0% раствора пероксида водорода, чтобы на титрование пошло 5,0 мл 0,1 моль/л (УЧ 1/5  $\text{KMnO}_4$ ) раствора калия перманганата ( $K = 1,02$ ).

Б) Рассчитайте содержание пероксида водорода в препарате (%), если 10,0 мл анализируемого образца довели водой до метки в мерной колбе вместимостью 100,0 мл. На титрование 10,0 мл аликвоты полученного раствора пошло 18,9 мл 0,1 моль/л (УЧ 1/5  $\text{KMnO}_4$ ) раствора калия перманганата ( $K = 0,98$ ).

В) Рассчитайте объем 0,1 моль/л (УЧ 1/5  $\text{KMnO}_4$ ) раствора калия перманганата ( $K = 1,00$ ), который пойдет на титрование 2,7% раствора пероксида водорода, если 10,0 мл препарата довели водой до метки в мерной колбе вместимостью 50,0 мл. На титрование взяли аликвоту объемом 5,0 мл.

**Ответы:**

- A) 17,005 г/моль; 0,001701 г/мл; 0,29 г  
Б) 3,15 %  
В) 15,9 мл

## ПРИЛОЖЕНИЕ № 4

### Sodium Nitrite

Browse: British Pharmacopoeia 2009  
British Pharmacopoeia Volume I & II  
Monographs: Medicinal and Pharmaceutical Substances  
Sodium Nitrite  
**Sodium Nitrite**  
General Notices  
(*Ph Eur monograph 1996*)

NaNO<sub>2</sub>  
69.0 7632-00-0

#### Action and use

Used in treatment of cyanide poisoning.

*Ph Eur*

#### DEFINITION

##### Content

98.5 per cent to 100.5 per cent (dried substance).

#### CHARACTERS

##### Appearance

Colourless crystals or mass or yellowish rods, hygroscopic.

##### Solubility

Freely soluble in water, soluble in alcohol.

#### IDENTIFICATION

A. Dilute 1 ml of solution S1 (see Tests) to 25 ml with *water R*. To 0.1 ml of the solution add 1 ml of *sulphanilic acid solution R1*. Allow to stand for 2-3 min. Add 1 ml of *b-naphthol solution R* and 1 ml of *dilute sodium hydroxide solution R*. An intense red colour develops.

B. To 1 ml of the solution prepared for identification test A add 3 ml of a 20 g/l solution of *phenazone R* and 0.4 ml of *dilute sulphuric acid R*. An intense green colour develops.

C. To 0.15 ml of solution S1, add 0.35 ml of *water R*. The solution gives reaction (b) of sodium (2.3.1).

#### TESTS

##### Solution S1

Dissolve 2.5 g in *carbon dioxide-free water R* and dilute to 50 ml with the same solvent.

### **Solution S2**

Dissolve 3 g in *distilled water R*. Cautiously add 10 ml of *nitric acid R* and evaporate to dryness. Dissolve the residue in 10 ml of *distilled water R*, neutralise with *dilute sodium hydroxide solution R* and dilute to 30 ml with *distilled water R*.

### **Appearance of solution**

Solution S1 is clear (2.2.1) and not more intensely coloured than reference solution B6 (2.2.2, *Method II*).

### **Acidity or alkalinity**

To 10 ml of solution S1, add 0.05 ml of *phenol red solution R*. Add 0.1 ml of 0.01 M *sodium hydroxide*. The solution is red. Add 0.3 ml of 0.01 M *hydrochloric acid*. The solution is yellow.

### **Chlorides (2.4.4)**

Maximum 50 ppm.

Dilute 10 ml of solution S2 to 15 ml with *water R*. The solution complies with the limit test for chlorides.

### **Sulphates (2.4.13)**

Maximum 200 ppm.

Dilute 7.5 ml of solution S2 to 15 ml with *distilled water R*. The solution complies with the limit test for sulphates.

### **Heavy metals (2.4.8)**

Maximum 20 ppm.

Dilute 10 ml of solution S2 to 20 ml with *water R*. 12 ml of the solution complies with limit test A. Prepare the standard using *lead standard solution (1 ppm Pb) R*.

### **Loss on drying (2.2.32)**

Maximum 1.0 per cent, determined on 1.000 g by drying *in vacuo*.

### **ASSAY**

Dissolve 0.400 g in 100.0 ml of *water R*. Introduce 20.0 ml of the solution, while stirring continuously and keeping the tip of the pipette below the surface of the liquid, into a conical flask containing 30.0 ml of 0.1 M *cerium sulphate*. Immediately stopper the flask and allow to stand for 2 min. Add 10 ml of a 200 g/l solution of *potassium iodide R* and 2 ml of *starch solution R*.

While stirring continuously, titrate with 0.1 M *sodium thiosulphate* until the blue colour disappears. Carry out a blank titration.

1 ml of 0.1 M *cerium sulphate* is equivalent to 3.45 mg of NaNO<sub>2</sub>.

## STORAGE

In an airtight container .

## ПРИЛОЖЕНИЕ № 5 Sodium Thiosulphate

Browse: British Pharmacopoeia 2009

British Pharmacopoeia Volume I & II

Monographs: Medicinal and Pharmaceutical Substances

Sodium Thiosulphate

### Sodium Thiosulphate

General Notices

(*Ph Eur monograph 0414*)

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  248.2 10102-17-7

### Action and use

Used in treatment of cyanide poisoning.

### Preparation

Sodium Thiosulphate Injection

Ph Eur

### DEFINITION

#### Content

99.0 per cent to 101.0 per cent of  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .

### CHARACTERS

#### Appearance

Transparent, colourless crystals, efflorescent in dry air.

#### Solubility

Very soluble in water, practically insoluble in ethanol 96 per cent. It dissolves in its water of crystallisation at about 49 °C.

### IDENTIFICATION

A. It decolourises iodinated *potassium iodide solution R* .

B. To 0.5 ml of solution S (see Tests) add 0.5 ml of *water R* and 2 ml of *silver nitrate solution R2* . A white precipitate is formed which rapidly becomes yellowish and then black.

C. To 2.5 ml of solution S add 2.5 ml of *water R* and 1 ml of *hydrochloric acid R* . A precipitate of sulphur is formed and gas is evolved which gives a blue colour to *starch iodate paper R* .

D. 1 ml of solution S gives reaction (a) of sodium (2.3.1) .

### TESTS

#### Solution S

Dissolve 10.0 g in *carbon dioxide-free water R* prepared from *distilled water R* and dilute to 100 ml with the same solvent.

#### **Appearance of solution**

The freshly prepared solution is clear (2.2.1) and colourless (2.2.2, *Method II*).

Dissolve 10.0 g in 50 ml of *distilled water R*, add 1 ml of 0.1 M sodium hydroxide and dilute to 100 ml with the same solvent.

#### **pH (2.2.3)**

6.0 to 8.4 for the freshly prepared solution S.

#### **Sulphates and sulphites (2.4.13)**

Maximum 0.2 per cent.

Dilute 2.5 ml of freshly prepared solution S to 10 ml with *distilled water R*. To 3 ml of this solution first add 2 ml of *iodinated potassium iodide solution R* and continue the addition dropwise until a very faint persistent yellow colour appears. Dilute to 15 ml with *distilled water R*.

#### **Sulphides**

To 10 ml of solution S add 0.05 ml of a freshly prepared 50 g/l solution of *sodium nitroprusside R*. The solution does not become violet.

#### **Heavy metals**

Maximum 10 ppm.

To 10 ml of solution S add 0.05 ml of *sodium sulphide solution R*. After 2 min, any brown colour in the solution is not more intense than that in a reference solution prepared at the same time and in the same manner using 10 ml of *lead standard solution (1 ppm Pb) R*.

#### **ASSAY**

Dissolve 0.500 g in 20 ml of *water R* and titrate with 0.05 M iodine, using 1 ml of *starch solution R*, added towards the end of the titration, as indicator.

1 ml of 0.05 M iodine is equivalent to 24.82 mg of  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .

#### **STORAGE**

In an airtight container.

### **3.Тема: «Фармакопейный анализ лекарственных препаратов: натрия тетрабората и борной кислоты. Метод КОТ» (занятие № 12)**

В медицинской практике находят применение лекарственные препараты соединений элементов III группы периодической системы: натрия тетраборат и борная кислота. В процессе занятия, исходя из физических и химических свойств препаратов, необходимо освоить способы оценки качества изучаемых лекарственных препаратов.

#### **3.1. Методические указания для студентов**

##### **3.1.1.Самоподготовка к занятию.**

###### **3.1.1.1.В процессе самоподготовки необходимо изучить:**

- способы получения натрия тетрабората и кислоты борной;
- физические свойства препаратов;
- реакции идентификации препаратов;
- определение примесей;
- особенности количественного определения препаратов;
- применение в медицинской практике, особенности хранения, формы выпуска.

###### **3.1.1.2. План самоподготовки:**

Для овладения указанными знаниями студент должен изучить:

- материал лекций по теме занятия;
- теоретический материал данной методички;
- разделы рекомендуемой литературы;
- решить задачи из сборника задач по теме.

###### **3.1.1.3. Рекомендуемая литература:**

###### **А) Обязательная:**

1. Беликов В.Г. Фармацевтическая химия. В 2 ч.: Ч.1. Общая фармацевтическая химия; Ч.2. Специальная фармацевтическая химия: Учеб. для вузов. – Пятигорск, 2003.
2. Лабораторные работы по фармацевтической химии: Учебное пособие/Беликов В.Г., Вергейчик Е.Н., Компанцева Е.В., Куль И.Я., Лукьянчикова Г.И., Саушкина А.С., Тираспольская С.Г./под ред. Е.Н.



Вергейчика, Е.В. Компанцевой. – 2-е изд., перераб. и доп. – Пятигорск, 2003.

3. Государственная фармакопея СССР, 11-е изд. Вып. 1. Общие методы анализа. - М.: Медицина, 1987.
4. Государственная фармакопея РФ XII/"Издательство "Научный центр экспертизы средств медицинского применения", 2008.
5. Саушкина А.С. Сборник задач по фармацевтической химии: Учебное пособие по фармацевтической химии для студентов фармацевтических вузов и фармацевтических факультетов медицинских вузов / Под ред. В.Г. Беликова. – Пятигорск: Изд-во ПятГФА, 2003.

#### **Б) Дополнительная:**

1. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн.2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: Учеб. для вузов – 3-е изд., испр. – М.: Высш. шк., 2005.
2. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии: Учебн. литерат. для студентов фармац. вузов и факультетов. / А.П. Арзамасцев, Э.Н. Аксенова, О.П. Андрианова и др. – М.: Медицина, 2001.
3. Арзамасцев А.П. Фармакопейный анализ. – М.: Медицина, 1971.

#### **3.1.1.4. Контрольные вопросы:**

1. Соединения каких элементов III группы периодической системы используют в медицине? Каковы их формулы и латинские названия?
2. Какими химическими реакциями можно доказать подлинность кислоты борной и натрия тетрабората? Напишите уравнения реакций.
3. Какие примеси определяют в кислоте борной?
4. Укажите возможные источники примесей в соединениях бора.
5. Как проводится количественное определение кислоты борной и натрия тетрабората?
6. С какой целью при количественном определении кислоты борной в раствор лекарственного вещества добавляется глицерин? Можно ли последний заменить другими веществами?
7. В каких случаях применяют в медицине кислоту борную и натрия тетраборат?
8. Чем объяснить, что водные растворы натрия тетрабората имеют щелочную реакцию, а глицериновые - кислоту?
9. Можно ли по растворимости в различных растворителях отличить натрия тетраборат от кислоты борной?

10. Спиртовые растворы кислоты борной при горении вызывают окраску пламени. Какие химические процессы при этом происходят? В каких условиях аналогичное испытание можно провести для натрия тетрабората?
11. Водные и спиртовые 3% растворы кислоты борной должны быть прозрачными и бесцветными. Как практически выполнить это испытание?
12. При количественном определении кислоты борной титрование было проведено без повторного добавления глицерина. Правильно ли выполнено определение? Какая ошибка возможна в этих условиях?
13. При количественном определении натрия тетрабората (М. м. 381,4) на титрование массы 0,3791 г было затрачено 20 мл 0,1 М раствора кислоты хлористоводородной. Отвечает ли он требованиям НД (не менее 99,0%)?
14. Какую массу борной кислоты (М. м. 61,83) надо взять для количественного определения, чтобы на титрование пошло 15 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида?
15. Какой объем 0,1 М раствора натрия гидроксида пойдет на титрование 0,1128 г кислоты борной (М. м. 61,83)?
16. Для количественного определения натрия тетрабората (М. м. 381,4) взята масса 0,5027 г. Какой объем 0,1 М раствора кислоты хлористоводородной пойдет на титрование?

### **3.1.2. Работа на занятии.**

**3.1.2.1. Объекты исследования:** натрия тетраборат (субстанция), борная кислота (субстанция).

**3.1.2.2. Цель занятия:** освоить способы оценки качества субстанции борной кислоты и субстанции натрия тетрабората.

**3.1.2.2.1. В процессе занятия студент должен закрепить следующие знания:**

- формулы, латинские и химические названия изучаемых препаратов;
- способы получения натрия тетрабората и борной кислоты;
- физические свойства натрия тетрабората и борной кислоты;
- методы качественного анализа препаратов;
- способы обнаружения допустимых и недопустимых примесей в препаратах;
- теоретические основы и особенности количественного определения препаратов (метод КОТ);
- применение, особенности хранения и формы выпуска препаратов.

**3.1.2.2.2. В процессе занятия студент должен приобрести следующие практические умения:**

- выполнять реакции подлинности борной кислоты;
- выполнять реакцию обнаружения тетраборат-иона;
- выполнять реакцию обнаружения иона натрия;
- рассчитывать теоретический объем титранта для количественного определения борной кислоты и натрия тетрабората;
- проводить количественное определение: натрия тетрабората методом ацидиметрии, борной кислоты методом алкалиметрии;
- делать правильное заключение по результатам проведенного анализа.

**3.1.2.3. План занятия:**

- Проверка подготовленности к занятию:  
по билетам входного контроля (**приложение № 1**);  
по тестовым заданиям (**приложение № 2**);  
методом опроса;  
решением ситуационных задач.
- Коррекция исходного уровня знаний студентов и постановка задач.
- Распределение индивидуальных заданий.
- Самостоятельная работа и оформление отчета и протокола.
- Итоговый контроль.

**3.1.2.4. Самостоятельная работа студентов:**

**Задание 1.** Провести реакции идентификации натрия тетрабората и борной кислоты (на выбор).

**Задание 2.** Провести фармакопейный анализ предложенного препарата.

**Задание 3.** Оформить отчет и протокол анализа.

**3.1.2.5.Итоговый контроль:**

Оформленный студентом отчет и протокол анализа проверяется преподавателем.

Студент проходит собеседование по контролю усвоения теоретических вопросов и овладению практическими умениями.

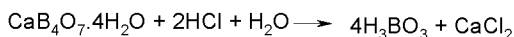
### 3.2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЙ МАТЕРИАЛ

#### «Фармакопейный анализ лекарственных препаратов: натрия тетрабората и борной кислоты. Метод КОТ»

##### 3.2.1. Препараты бора: кислота борная и натрия тетраборат

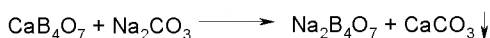
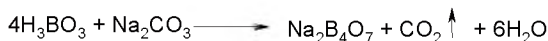
В медицинской практике применяют два препарата соединений бора: кислоту борную и натрия тетраборат.

*Получение.* Лекарственный препарат кислоты борной обычно получают разложением буры или борокальцита горячим раствором соляной кислоты:



Фильтрат охлаждают и выделившиеся кристаллы кислоты борной перекристаллизуют из воды.

Натрия тетраборат получают действием растворов карбоната натрия (при нагревании) на кислоту борную или минерал борокальцит:



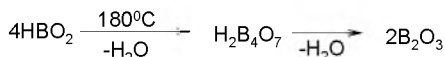
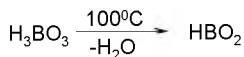
Кислота борная и натрия тетраборат представляют собой бесцветные вещества. Кристаллы кислоты борной жирные на ощупь, что является отличительным признаком этого препарата. Оба препарата растворимы в воде и глицерине. В кипящей воде их растворимость значительно улучшается. Кислота борная растворима в этаноле, натрия тетраборат в нем практически не растворим.

Таблица 3

Свойства препаратов бора

Препарат	Химическая формула	Описание
Acidum boricum- кислота борная	H3BO3	Бесцветные, блестящие, жирные на ощупь чешуйки или мелкокристаллический порошок без запаха
Natrii tetraboras –натрия тетраборат	Na2B4O7*10H2O	Бесцветные, прозрачные, легко выветривающиеся кристаллы или белый кристаллический порошок

Кислота борная возгоняется с парами воды и спирта. При нагревании кристаллов она постепенно теряет воду, образуя вначале при 100°C метaborную кислоту, затем стекловидную сплавленную массу (тетраборная кислота), которая при последующем прокаливании теряет воду, оставляя остаток оксида бора:

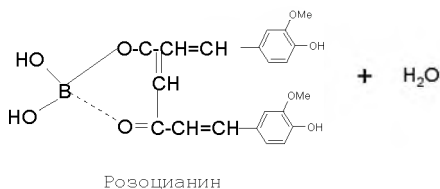
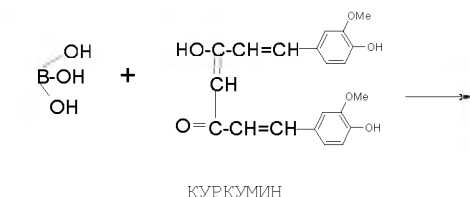


Водные растворы кислоты борной имеют слабокислую реакцию ( $K=6,4 \cdot 10^{-10}$ ). При нейтрализации щелочных металлов образуются соли тетраборной кислоты и реже метабораты. Соли ортоборной кислоты не известны.

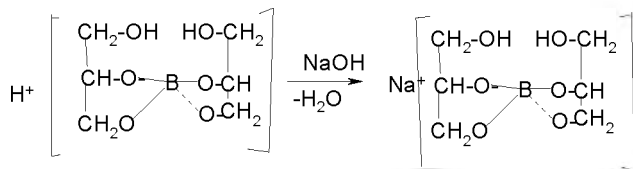
**Подлинность** препаратов бора можно установить по реакции образования в присутствии этанола борноэтилового эфира:



Наиболее часто препараты бора идентифицируют с помощью куркумовой бумаги, которая после смачивания раствором препарата и соляной кислотой окрашивается в розовый или буровато-красный цвет, переходящий после обработки раствором аммиака в зеленовато-черный. Установлено, что содержащееся в куркуме производное ацетилаcetона – куркумин в енольной форме взаимодействует с кислотой борной, образуя внутрикомплексное окрашенное соединение по типу эфира:



Для *количественного определения* препаратов используют кислотные свойства растворов кислоты борной в глицерине и щелочные свойства водных растворов натрия тетрабората. При прямом титровании кислоты борной щелочью образуется метаборат натрия, который в водных растворах сильно гидролизует. В результате гидролиза щелочная реакция наступает до точки эквивалентности. Поэтому для количественного определения используют способность кислоты борной образовывать с глицерином сильную одноосновную диглицериноборную кислоту, которую можно с достаточной точностью оттитровать щелочью, используя в качестве индикатора фенолфталеин:



Количественное определение кислоты борной проводят в смеси (1:4) свежепрокипяченной воды (свободной от углекислого газа) и нейтрализованного (по фенолфталеину) глицерина при комнатной температуре. Для контроля полноты связывания натриевой соли диглицеринборной кислоты к концу титрования добавляют дополнительную порцию глицерина. Сохранение при этом розовой окраски свидетельствует о достижении эквивалентной точки. Если окраска исчезает, добавляют глицерин и титрование продолжают.

Количественное определение натрия тетрабората выполняют методом нейтрализации (индикатор метиловый оранжевый), используя для этого реакцию с соляной кислотой:



Препараты соединений бора хранят в хорошо закупоренной таре.

Кислоту борную и натрий тетраборат применяют в качестве наружных антисептических средств в виде водных растворов, кроме того используют раствор борной кислоты в спирте (борный спирт).

### 3.2.2. Метод кислотно – основного титрования (КОТ) (метод нейтрализации)

*КОТ* – это метод определения кислот, оснований, солей, основанный на реакции взаимодействия между протолитами – кислотой и ос-

нованием, а в водных растворах – это реакция нейтрализации, поэтому метод КОТ также называют методом нейтрализации.

Титрантами метода являются растворы сильных кислот и оснований:  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{NaOH}$ ,  $\text{KOH}$ . Эти вещества не соответствуют требованиям, предъявляемым к стандартным веществам, поэтому концентрацию титрантов устанавливают стандартизацией их растворов. В качестве первичных стандартов чаще всего используют буру  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ , безводный карбонат натрия  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , дигидрат щавелевой кислоты  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  и некоторые другие.

### Типы КОТ.

КОТ бывает 2-ух типов:

1. **Ацидиметрическое титрование (ацидиметрия)** – метод определения сильных и слабых оснований, солей слабых кислот, основных солей и других соединений, обладающих основными свойствами, путем титрования стандартным (титрованным) раствором соляной кислоты. При ацидиметрическом титровании среда в ТЭ может быть нейтральной, слабощелочной или слабокислой в зависимости от природы титруемого вещества.
2. **Алкалиметрическое титрование (алкалиметрия)** – метод определения сильных и слабых кислот, кислотных солей, солей слабых оснований путем титрования стандартным раствором сильного основания.

### Индикаторы метода КОТ.

**Индикатор** – это вещество, которое проявляет видимое изменение в ТЭ или вблизи ее.

Кислотно-основной индикатор (КОИ) сам является кислотой или основанием и при КОТ изменяет свою окраску в ТЭ или вблизи ее.

При визуальном индикаторном методе фиксации КТТ в КОТ приращение титранта к титруемому раствору прекращают, когда резко меняется окраска раствора вследствие изменения цвета индикатора, введенного в титруемый раствор.

### Требования, предъявляемые к КОИ:

1. Окраска индикатора должна быть интенсивной и различаться в кислой и щелочной среде.
2. Изменение окраски должно быть быстрым, четким и обратимым.

3. Окраска индикатора должна меняться в узком интервале изменения рН раствора.
4. Индикатор должен быть чувствительным и менять свою окраску в присутствии минимального избытка кислоты или щелочи.
5. Индикатор должен быть стабильным, не разлагаться в водном растворе и на воздухе.

### **Теория КОИ.**

КОИ в кислых и щелочных растворах имеют различную окраску. Для объяснения природы изменения окраски индикаторов при изменении рН раствора предложены различные теории, наиболее известными из которых являются:

1. Ионная (объясняет изменение окраски КОИ при изменении рН раствора)
2. Хромофорная (объясняет наличие окраски разных форм индикаторов и связывает цвет индикатора с его строением)
3. Ионно-хромофорная

**Интервал изменения (перехода) окраски индикатора** – это интервал изменения рН раствора, в котором происходит изменение окраски индикатора.

**Интервал изменения (перехода) окраски КОИ** – это область концентрации ионов водорода, в пределах которой глаз способен обнаруживать изменение в оттенке, интенсивности окраски визуального индикатора, вызванное изменением соотношения 2-ух соответствующих форм индикатора.

**Показатель титрования рТ (Ю.Ю. Лурье)** – значение рН, при котором наблюдатель отчетливо отмечает изменение окраски индикатора и признает титрование законченным. Это несколько условная величина, неодинаковая у разных лиц, проводящих титрование.

### **Классификация КОИ.**

#### **1. Классификация по строению индикаторов.**

- 1.1. Азоиндикаторы (производные пара-аминобензола и пара-диметиламиноазобензола)
  - Метилловый оранжевый
  - Ализариновый желтый
  - Метилловый желтый
  - Метилловый красный
  - Тропеолины



1.2. Трифенилметановый индикаторы (производные трифенилметана, имеющие различные заместители в ароматических ядрах).

- Фенолфталеины
- Сульфопфталеины (бромкрезоловый зеленый, бромкрезоловый пурпуровый, бромфеноловый синий, хлорфеноловый красный, мета-крезоловый пурпуровый, крезоловый красный, тимоловый синий)
- Анилинсульфопфталеины
- Бензеины
- Трифенилметановые красители

1.3. Нитроиндикаторы (ароматические нитропроизводные)

- Пара-нитрофенол

1.4. Индикаторы других структурных типов.

- Лакмус
- Оксидный синий
- Нейтральный красный
- Индофенолы
- Производные фенилгидразина

## **2. Классификация по способу применения.**

2.1. Внутренние индикаторы добавляют непосредственно в титруемый раствор

2.2. Внешние индикаторы находятся вне титруемого раствора:

- Лакмусовая бумага (красная, нейтральная, синяя)
- Индикаторная бумага – это полоски бумаги, пропитанные различными индикаторами (ализарин, конго красный, синий и красный лакмус)
- Красная бумага конго
- Желтая куркумовая бумага
- Белая фенолфталеиновая бумага

## **3. Классификация по составу индикаторов.**

3.1. Индивидуальные (состоят из одного соединения)

3.2. Смешанные (представляют смесь 2-ух индикаторов или индикатора и красителя)

## **4. Классификация индикаторов по цветности.**

4.1. Одноцветный индикатор – это такой индикатор, который окрашен только по одной стороне своего интервала перехода и бесцветен к

другой или же имеет большую или меньшую интенсивность одной и той же окраски на одной из сторон своего перехода:

- Фенолфталеин
- Пара-нитрофенол
- Смешанный индикатор из фенолфталеина и тимолфталеина

4.2. Двухцветный индикатор – это индикатор, который имеет две разные окраски – по каждой стороне своего интервала перехода.

**Растворы индикаторов.** Для целей КРТ обычно применяют сильно разбавленные водные, спиртовые, водно – спиртовые растворы индикаторов с концентрацией от сотых до десятых долей процента. Используют и другие растворители.

Для приготовления растворов индикаторов используют реагенты высокой степени чистоты – “химически чистые” и “чистые для анализа”. Навеску индикатора и вспомогательного вещества (если они добавляются к индикатору) тонко истирают в ступке и растворяют в соответствующем растворителе в мерной колбе. *Все операции проводят под тягой, соблюдая необходимую предосторожность.*

Индикаторы и растворы индикаторов хранят в темном месте.

### 3.3. Лабораторные работы по теме № 12

#### 3.3.1. Лабораторная работа № 1 по теме № 12

**Тема:** “Фармакопейный анализ субстанции борной кислоты”.

**Цель работы.** Освоить способы оценки качества субстанции борной кислоты.

**Самостоятельная подготовка.** Написать формулу борной кислоты, ее русское и латинское название. Изучить физические и химические свойства данного вещества, методы установления подлинности и количественного определения, ее фармакологическое действие, формы применения, условия хранения.

**Объект исследования:** борная кислота (субстанция).

**Оборудование:** электронные весы, аналитические весы, электрическая плитка, водяная баня.

**Посуда:** пипетки Мора, пипетки, пробирки, колба коническая, колба мерная, цилиндр.

**Реактивы:** вода очищенная, спирт этиловый 95%, глицерин, кислота хлористоводородная концентрированная, кислота хлористоводородная разведенная, раствор аммиака, кислота азотная разведенная, кислота азотная концентрированная, раствор серебра нитрата, раствор бария хлорида, кислота уксусная разведенная, раствор натрия сульфида, раствор аммония оксалата, аммиачный буферный раствор, раствор сульфосалициловая кислота,

**Индикаторы:** куркумовая бумага, раствор метилового оранжевого, раствор фенолфталеина.

**Титрованные растворы:** раствор натрия гидроксида 0,1 моль/л

**Нормативная документация (НД):** ГФ X, Ст.10

### 1. Физические свойства субстанции борной кислоты.

**Описание:** Бесцветные, блестящие, слегка жирные на ощупь чешуйки или мелкий кристаллический порошок без запаха. Водные растворы имеют слабокислую реакцию.

Результат наблюдения:

Вывод:

### Растворимость.

Условный термин растворимости	Количество вещества (г) и количество растворителя (мл) min и max	Заключение о соответствии /несоответствии требованиям НД
Растворим в 25 ч. воды		
Растворим в 25 ч. спирта этилового 95%		
Растворим в 4 ч. кипящей воды		
Медленно растворим в 7 ч. глицерина		

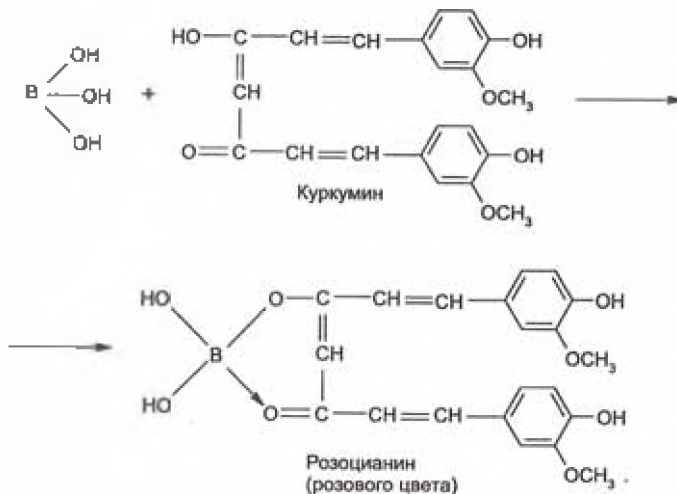
Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

## 2. Подлинность борной кислоты.

**2.1. Реакция с куркумином.** Куркумовая бумага, смоченная водным раствором вещества (1:10) и несколькими каплями кислоты хлористоводородной, окрашивается после высушивания в розовый или буровато-красный цвет, переходящий от смачивания раствором гидроксида аммония в зеленовато-черный:

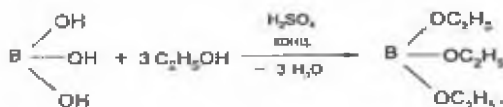


Результат наблюдения:

Вывод:

**2.2. Реакция образования борноэтилового эфира.** Спиртовый раствор вещества в присутствии кислоты серной горит пламенем, окаймленным зеленым цветом:

ной химии:



Результат наблюдения:

Вывод:

**2.3. Водные растворы (1:50) имеют слабокислую реакцию по универсальной индикаторной бумаге.**

Результат наблюдения:

Вывод:

**2.4.** При продолжительном нагревании субстанции борной кислоты до 100 С она теряет часть воды и переходит в мета-борную кислоту (HBO<sub>2</sub>), при более сильном нагревании образуется стекловидная сплавленная масса, которая при дальнейшем нагревании, вспучиваясь, теряет всю воду, оставляя борный ангидрит (B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)



Результат наблюдения:

Вывод:

### **3. Испытания на чистоту борной кислоты.**

**3.1. Прозрачность раствора.** 3% раствор вещества в воде очищенной и в спирте этиловом 95% должен быть прозрачным.

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

**3.2. Цветность раствора.** 3% раствор вещества в воде очищенной и в спирте этиловом 95% должен быть бесцветным.

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

**3.3. pH.** От 3,8 до 4,5 (3% раствор вещества в воде, потенциметрически)

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

**3.4. Минеральные кислоты.** 10 г препарата растворяют при нагревании в 40 мл воды, раствор охлаждают, доводят водой до 50 мл и отфильтровывают выделившуюся борную кислоту. 1 мл полученного фильтрата, разведенный водой до 10 мл, не должен окрашиваться в розовый или оранжевый цвет от прибавления 1 капли метилового оранжевого.

Результат наблюдения:

Вывод:

**3.5. Хлориды.** 5 мл того же фильтрата, разведенные водой до 10 мл, должны выдерживать испытание на хлориды (не более 0,002% в препарате)

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

**3.6. Сульфаты.** 2,5 мл того же фильтрата, разведенные водой до 10 мл, должны выдерживать испытание на сульфаты (не более 0,02% в препарате)

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

**3.7. Тяжелые металлы.** 2,5 мл того же фильтрата, разведенные водой до 10 мл, должны выдерживать испытание на тяжелые металлы (не более 0,001%)

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

**3.8. Кальций.** 13,5 г препарата взбалтывают при нагревании с 27 мл воды и после охлаждения фильтруют. 10 мл фильтрата должны выдерживать испытание на кальций (не более 0,006% в препарате).

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

**3.9. Железо.** 4 мл того же фильтрата, разведенные водой до 10 мл, должны выдерживать испытание на железо (не более 0,0015% в препарате)

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

**3.10. Мышьяк.** 0,25 г препарата должны выдержать испытание на мышьяк (не более 0,0002% в препарате)

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

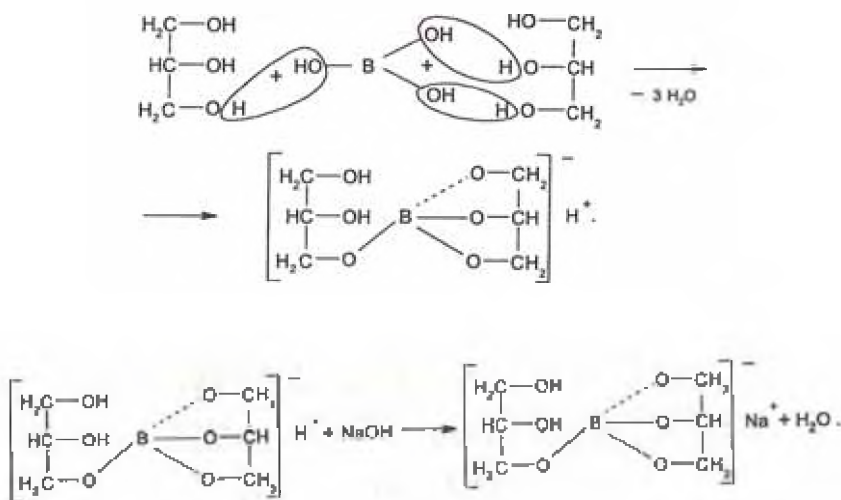
#### **4. Количественное определение борной кислоты.**

Около 0,2 г вещества (точная масса) растворяют в 10 мл свежепрокипяченной и охлажденной воды, прибавляют 40 мл глицерина, предва-

рительно нейтрализованного по фенолфталеину. Раствор перемешивают, прибавляют 0,2 мл раствора фенолфталеина и титруют 0,1 М раствором гидроксида натрия до розового окрашивания. Затем к титруемому раствору прибавляют еще 10 мл нейтрализованного глицерина, и если розовая окраска при этом исчезает, снова титруют до появления розовой окраски раствора. Добавление глицерина и титрование гидроксидом натрия продолжают до тех пор, пока от последних 10 мл нейтрализованного глицерина розовая окраска раствора не перестанет исчезать.

С глицерином борная кислота образует одноосновную комплексную глицериноборную кислоту, проявляющую более выраженную кислотную реакцию.

1 мл 0,1 М раствора гидроксида натрия соответствует 0,006183 г кислоты борной, которой в веществе должно быть не менее 99,5%



М.м. H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> =

Предварительный расчет объема титранта:

М.м. H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> =

f экв H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> =

М.м. экв H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> = М.м. H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> \* f экв H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> =

T =

V =

Расчет фактического содержания борной кислоты в % в субстанции борной кислоты проводится по формуле:

$$X(\%) = V * K * T * 100 / a$$

Результаты анализа:

№	Масса навески взятая на анализ, г	Объем 0,1 моль/л раствора натрия гидроксида пошедшего на титрование, мл	Фактическое содержание борной кислоты в субстанции борной кислоты	
			%	
1				
2				
3				

*Расчет погрешности титриметрических методов анализа.*

Погрешность титриметрических методов анализа не должна превышать 0,5%

Вывод:

### 3.3.2. Лабораторная работа № 2 по теме № 12

**Тема:** “Фармакопейный анализ субстанции натрия тетрабората”.

**Цель работы.** Освоить способы оценки качества субстанции натрия тетрабората.

**Самостоятельная подготовка.** Написать формулу натрия тетрабората, его русское и латинское название. Изучить физические и химические свойства данного вещества, методы установления подлинности и количественного определения, его фармакологическое действие, формы применения, условия хранения.

**Объект исследования:** натрия тетраборат (субстанция).

**Оборудование:** электронные весы, аналитические весы, электрическая плитка, водяная баня.

**Посуда:** пипетки Мора, пипетки, пробирки, колба коническая, колба мерная, цилиндр.

**Реактивы:** вода очищенная, спирт этиловый 95%, глицерин, кислота хлористоводородная концентрированная, кислота хлористоводородная разведенная, раствор аммиака, кислота серная разведенная, кислота серная концентрированная, раствор цинк-уранил-ацетата, кислота азотная разведенная, кислота азотная концентрированная, раствор серебра



нитрата, раствор бария хлорида, кислота уксусная разведенная, раствор натрия сульфида, раствор сульфосалициловая кислота

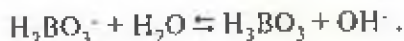
**Индикаторы:** куркумовая бумага, раствор метилового оранжевого.

**Титрованные растворы:** раствор кислоты хлористоводородной 0,1 моль/л

**Нормативная документация (НД):** ГФ Х, Ст.440

## 1. Физические свойства субстанции натрия тетрабората.

**Описание:** бесцветные, прозрачные, легко выветривающиеся кристаллы или белый кристаллический порошок. Водные растворы имеют солоноватого – щелочной вкус и щелочную реакцию среды вследствие гидролиза.



Реакция глицериновых растворов кислая.

Результат наблюдения:

Вывод:

**Растворимость.**

Условный термин растворимости	Количество вещества (г) и количество растворителя (мл) min и max	Заключение о соответствии /несоответствии требованиям НД
Растворим в воде		
Очень легко растворим в кипящей воде		
Практически нерастворим в спирте		
Легко растворим в глицерине		

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

## 2. Подлинность натрия тетрабората.

### 2.1. На ион натрия.

2.1.1. Согласно ГФ Х1 (вып. 1, с. 162) для обнаружения иона натрия следует взять на анализ 1 мл раствора соли, содержащей 0,01-0,03 г иона натрия. Необходимо рассчитать, какое количество натрия те-

требора (X) в граммах следует взять для изготовления данной пробы:

$$X_{\min} = \text{М.м. Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 0,01 / \text{А.м. Na}^+ =$$

$$X_{\max} = \text{М.м. Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 0,03 / \text{А.м. Na}^+ =$$

Приготовление раствора: \_\_\_\_\_ г (ручные весочки) натрия тетрабората растворяют в \_\_\_\_\_ мл воды.

К 1 мл полученного раствора, подкисленному кислотой уксусной, прибавляют 0,5 мл раствора цинк-уранил-ацетата. Образуется желтый кристаллический осадок:



Результат наблюдения:

Вывод:

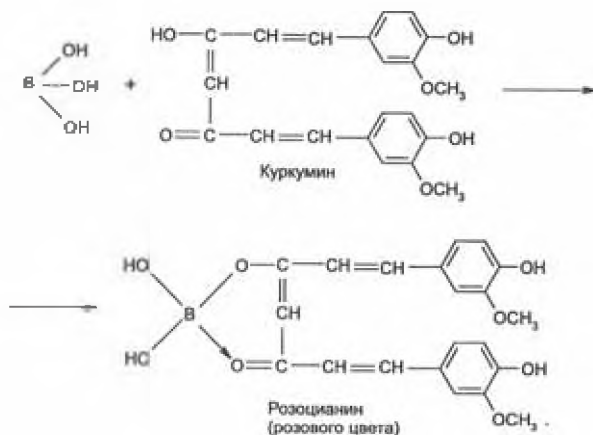
2.1.2. Соль натрия, смоченная кислотой хлористоводородной, внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в желтый цвет.

Результат наблюдения:

Вывод:

## 2.2. На тетраборат нон.

2.2.1. Куркумовая бумага, смоченная раствором препарата (1:10) и несколькими каплями соляной кислоты, окрашивается при высушивании в розовый или буровато-красный цвет, переходящий от смачивания раствором аммиака в зеленовато-черный.

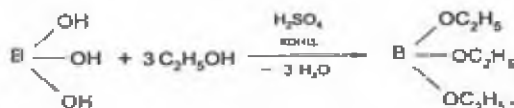


Результат наблюдения:

Вывод:

2.2.2. 0,2 г препарата растворяют в фарфоровой чашке в 1 мл концентрированной серной кислоты, прибавляют 3 мл спирта и перемешивают. При зажигании смесь горит пламенем, окаймленным зеленым цветом.

НОВ КРИМОН:



Результат наблюдения:

Вывод:

### 3. Испытания на чистоту натрия тетрабората.

**3.1. Хлориды.** 4 мл препарата (1:10), разведенные водой до 10 мл, должны выдерживать испытание на хлориды (не более 0,005% в препарате).

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

**3.2. Сульфаты.** 2 мл того же раствора, разведенные водой до 10 мл, должны выдерживать испытание на сульфаты (не более 0,05% в препарате).

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

**3.3. Железо.** 7,5 мл того же раствора, разведенные водой до 10 мл, должны выдерживать испытание на железо (не более 0,004% в препарате).

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

**3.4. Тяжелые металлы.** 5 мл того же раствора, разведенные водой до 10 мл, должны выдерживать испытание на тяжелые металлы (не более 0,001% в препарате).

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

**3.5. Карбонаты.** При прибавлении к 5 мл раствора препарата (1:50) соляной кислоты не должно быть заметно выделение пузырьков газа.

Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

- 3.6. Мышьяк.** 0,1 г препарата не должен содержать мышьяка более чем 1 мл эталонного раствора (не более 0,001% в препарате)

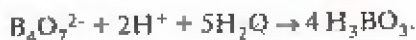
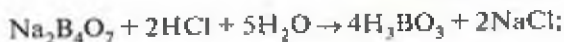
Методика:

Результат наблюдения:

Вывод:

#### 4. Количественное определение натрия тетрабората.

Около 0,5 г вещества (точная масса) растворяют в 30 мл воды и титруют 0,1 н. раствором соляной кислоты (индикатор – метиловый оранжевый) до розовато-оранжевого окрашивания:



1мл 0,1 н. раствора соляной кислоты соответствует 0,01907 г  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ , которого в препарате должно быть не менее 99,5% и не более 103,0%.

$$\text{М.м. Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} = 381,37$$

Предварительный расчет объема титранта:

$$\text{М.м. Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} =$$

$$f_{\text{экв Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}} =$$

$$\text{М.м. экв Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} = \text{М.м. Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} * f_{\text{экв Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}} =$$

$$T_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} / \text{HCl}} =$$

$$V_{\text{HCl}} = X * a / K * T * 100 =$$

Расчет фактического содержания натрия тетрабората в % в субстанции натрия тетрабората проводится по формуле:

$$X(\%) = V * K * T * 100 / a$$

Результаты анализа:

№	Масса навески взятая на анализ, г	Объем 0,1 н. раствора соляной кислоты пошедший на титрование, мл	Фактическое содержание натрия тетрабората в ЛП	
			%	
1				
2				
3				

*Расчет погрешности титриметрических методов анализа.*

Погрешность титриметрических методов анализа не должна превышать 0,5%

Вывод:

## **ПРИЛОЖЕНИЕ**

### **ПРИЛОЖЕНИЕ № 1 ПРИМЕРЫ БИЛЕТОВ ВХОДНОГО КОНТРОЛЯ К ЗАНЯТИЮ № 12**

#### **Билет 1**

1. Какими химическими реакциями можно доказать подлинность кислоты борной и натрия тетрабората? Напишите уравнения реакций.

2. Индикаторы метода КОТ (понятия, требования предъявляемые к ним, классификация, примеры)

3. Какую массу борной кислоты (М. м. 61,83) надо взять для количественного определения, чтобы на титрование пошло 15 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида?

#### **Билет 2**

1. Какие примеси определяют в кислоте борной?

2. Индикаторы метода КОТ (понятие, теории КОТ)

3. Какой объем 0,1 М раствора натрия гидроксида пойдет на титрование 0,1128 г кислоты борной (М. м. 61,83)?

#### **Билет 3**

1. Укажите возможные источники примесей в соединениях бора.

2. Ошибки КОТ

3. Для количественного определения натрия тетрабората (М. м. 381,4) взята масса 0,5027 г. Какой объем 0,1 М раствора кислоты хлористоводородной пойдет на титрование?

#### **Билет 4**

1. Как проводится количественное определение кислоты борной и натрия тетрабората?

2. Применение методов КОТ

3. При количественном определении натрия тетрабората (М. м. 381,4) на титрование массы 0,3791 г было затрачено 20 мл 0,1 М раствора кислоты хлористоводородной. Отвечает ли он требованиям НД (не менее 99,0%)?

### Билет 5

1. С какой целью при количественном определении кислоты борной в раствор лекарственного вещества добавляется глицерин? Можно ли последний заменить другими веществами?

2. КОТ (понятие, типы)

3. Какую массу борной кислоты (М. м. 61,83) надо взять для количественного определения, чтобы на титрование пошло 15 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида?

### Билет 6

1. В каких случаях применяют в медицине кислоту борную и натрия тетраборат?

2. Индикаторы метода КОТ (понятие, требования, предъявляемые к ним, классификация, примеры)

3. Какой объем 0,1 М раствора натрия гидроксида пойдет на титрование 0,1128 г кислоты борной (М. м. 61,83)?

### Билет 7

1. Чем объяснить, что водные растворы натрия тетрабората имеют щелочную реакцию, а глицериновые – кислотную?

2. Индикаторы метода КОТ (понятие, теории КОТ)

3. Для количественного определения натрия тетрабората (М. м. 381,4) взята масса 0,5027 г. Какой объем 0,1 М раствора кислоты хлористоводородной пойдет на титрование?

### Билет 8

1. Можно ли по растворимости в различных растворителях отличить натрия тетраборат от кислоты борной?

2. Ошибки КОТ

3. При количественном определении натрия тетрабората (М. м. 381,4) на титрование массы 0,3791 г было затрачено 20 мл 0,1 М раствора кислоты хлористоводородной. Отвечает ли он требованиям НД (не менее 99,0%)?

### Билет 9

1. Спиртовые растворы кислоты борной при горении вызывают окраску пламени. Какие химические процессы при этом происходят? В каких условиях аналогичное испытание можно провести для натрия тетрабората?

2. Применение методов КОТ

3. Какую массу борной кислоты (М. м. 61,83) надо взять для количественного определения, чтобы на титрование пошло 15 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида?

### Билет 10

1. Водные и спиртовые 3% растворы кислоты борной должны быть прозрачными и бесцветными. Как практически выполнить это испытание?

2. КОТ (понятие, типы)

3. Какой объем 0,1 М раствора натрия гидроксида пойдет на титрование 0,1128 г кислоты борной (М. м. 61,83)?

### Билет 11

1. При количественном определении кислоты борной титрование было проведено без повторного добавления глицерина. Правильно ли выполнено определение? Какая ошибка возможна в этих условиях?

2. Индикаторы метода КОТ (понятие, требования, предъявляемые к ним, классификация, примеры)

3. Для количественного определения натрия тетрабората (М. м. 381,4) взята масса 0,5027 г. Какой объем 0,1 М раствора кислоты хлористоводородной пойдет на титрование?

### Билет 12

1. Соединения каких элементов III группы периодической системы используют в медицине? Каковы их формулы и латинские названия

2. Ошибки КОТ

3. При количественном определении натрия тетрабората (М. м. 381,4) на титрование массы 0,3791 г было затрачено 20 мл 0,1 М раствора кислоты хлористоводородной. Отвечает ли он требованиям НД (не менее 99,0%)?

### Билет 13

1. Какими химическими реакциями можно доказать подлинность кислоты борной и натрия тетрабората? Напишите уравнения реакций.

2. Применение методов КОТ

3. Какую массу борной кислоты (М. м. 61,83) надо взять для количественного определения, чтобы на титрование пошло 15 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида?

### Билет 14

1. Какие примеси определяют в кислоте борной?

2. КОТ (понятие, типы)

3. Какой объем 0,1 М раствора натрия гидроксида пойдет на титрование 0,1128 г кислоты борной (М. м. 61,83)?

### Билет 15

1. Как проводится количественное определение кислоты борной и натрия тетрабората?

2. Индикаторы метода КОТ (понятие, требования предъявляемые к ним, классификация, примеры)

3. Для количественного определения натрия тетрабората (М. м. 381,4) взята масса 0,5027 г. Какой объем 0,1 М раствора кислоты хлористоводородной пойдет на титрование?

### Билет 16

1. Соединения каких элементов III группы периодической системы используют в медицине? Каковы их формулы и латинские названия?

2. КОТ (понятие, типы)

3. При количественном определении натрия тетрабората (М. м. 381,4) на титрование массы 0,3791 г было затрачено 20 мл 0,1 М раствора кислоты хлористоводородной. Отвечает ли он требованиям НД (не менее 99,0%)?

## ПРИЛОЖЕНИЕ № 2

### Тестовые задания по фармацевтической химии по теме № 12

#### “Фармакопейный анализ препаратов бора: борная кислота, натрия тетраборат. Метод КОТ”

#### 1. Ион натрия в натрия тетраборате можно обнаружить:

- А) окрашиванием бесцветного пламени горелки в желтый цвет;
- Б) реактивом Несслера;
- В) раствором цинк – уранил – ацетата в присутствии уксусной кислоты;
- Г) раствором калия перманганата;
- Д) раствором натрия гидроксида

#### 2. Соль натрия тетрабората, смоченная кислотой хлористоводородной и внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в:

- А) зеленый цвет
- Б) желтый цвет
- В) фиолетовый цвет
- Г) пурпурно – красный цвет
- Д) кирпично – красный цвет



**3. Натрия тетраборат представляет собой по показателю “Описание”**

А) бесцветные прозрачные кристаллы без запаха, солоновато – горького вкуса

Б) бесцветные прозрачные кристаллы с запахом сероводорода, солоновато – горького вкуса

В) белый кристаллический порошок без запаха

Г) белый или белый с желтоватым оттенком кристаллический порошок

Д) бесцветные, прозрачные, легко выветривающиеся кристаллы или белый кристаллический порошок

**4. Натрия тетраборат согласно ГФ Х, Ст.440**

А) легко растворим в воде, практически не растворим в спирте, мало растворим в глицерине и хлороформе

Б) легко растворим в воде, мало растворим в спирте, не растворим в горячей воде

В) очень легко растворим в воде, не растворим в спирте, эфире, хлороформе

Г) растворим в воде, очень легко растворим в кипящей воде, практически не растворим в спирте, легко растворим в глицерине

Д) нет правильного ответа

**5. Натрия тетраборат используется в медицине в качестве:**

А) детоксицирующего и десенсибилизирующего средства

Б) антисептического средства

В) противовоспалительного средства

Г) иммуностимулирующего и иммуномодулирующего средства

Д) рвотного средства

**6. Химическая формула кристаллогидрата натрия тетрабората:**

А)  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$

Б)  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

В)  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Г)  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Д)  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

**7. Фармакопейный метод количественного определения натрия тетрабората:**

- А) ацидиметрия
- Б) алкалиметрия
- В) цериметрия
- Г) меркуриметрия
- Д) перманганатометрия

**8. Количественное определение борной кислоты проводят с помощью метода:**

- А) иодиметрии
- Б) йодометрии
- В) ацидиметрий
- Г) меркуриметрии
- Д) алкалиметрии

**9. Водные растворы борной кислоты имеют:**

- А) кислую реакцию
- Б) слабокислую реакцию
- В) щелочную реакцию
- Г) сильнощелочную реакцию
- Д) нет правильного ответа

**10. Подлинность борной кислоты можно доказать по:**

- А) образованию стеклообразной массы при прокаливании
- Б) образованию эфира, который горит пламенем с характерной зеленой каймой
- В) образованию розового пятна на куркуминовой бумаге
- Г) верно все
- Д) нет правильного ответа

**11. Химическая формула борной кислоты:**

- А)  $H_2B_4O_7$
- Б)  $H_3B_2O_7$
- В)  $H_2BO_3$
- Г)  $HBO_3$
- Д)  $H_3BO_3$

**12. Спиртовой раствор кислоты борной горит пламенем окаймленным:**

- А) желтым цветом
- Б) красным цветом
- В) зеленым цветом
- Г) пурпурно – красным цветом
- Д) карминно – красным цветом

**13. Укажите метод анализа, который используется для количественного определения натрия тетрабората по ГФ Х:**

- А) косвенная нейтрализация
- Б) ацидиметрия в водной среде
- В) алкалиметрия
- Г) ацидиметрия в водно-глицериновой среде
- Д) аргентометрия

**14. Фактор эквивалентности натрия тетрабората при титровании кислотой хлористоводородной равен:**

- А) 1
- Б)  $1/2$
- В)  $1/4$
- Г) 2
- Д) 4

**15. Щелочную реакцию среды водного раствора имеют:**

- А) натрия хлорид
- Б) магния сульфат
- В) натрия тетраборат
- Г) натрия гидрокарбонат
- Д) нет правильного ответа

**16. Кислую реакцию среды водного раствора имеют:**

- А) натрия тетраборат
- Б) кислота хлористоводородная
- В) кальция хлорид
- Г) кислота борная
- Д) натрия хлорид

**17. Выделение пузырьков газа наблюдают при добавлении кислоты хлороводородной к:**

- А) литию карбонату;
- Б) магния сульфату;
- В) натрия тетраборату;
- Г) раствору водорода пероксида
- Д) нет правильного ответа

**18. Определить примесь минеральных кислот в кислоте борной можно:**

- А) по фенолфталеину;
- Б) по лакмусу красному;
- В) по метиловому оранжевому;
- Г) по лакмусу синему
- Д) нет правильного ответа

**19. Общими реакциями на препараты бора являются:**

- А) образование сложного эфира с этанолом;
- Б) реакция с кислотой хлороводородной;
- В) реакция с куркумином;
- Г) реакция с аммония оксалатом
- Д) нет правильного ответа

**20. Завышенный результат количественного определения вследствие неправильного хранения может быть у:**

- А) кальция хлорида;
- Б) натрия тетрабората;
- В) магния сульфата;
- Г) кислоты борной
- Д) натрия хлорида

**21. При количественном определении кислоты борной добавляют для усиления кислотных свойств:**

- А) глицерин;
- Б) спирт этиловый;
- В) раствор аммиака;
- Г) хлороформ
- Д) ацетон

**22. Пламенем с зеленой каймой горит спиртовый раствор:**

- А) кальция хлорида;
- Б) кислоты борной;
- В) натрия тетрабората;
- Г) лития карбоната
- Д) натрия хлорида

**23. Установите соответствие по растворимости для кислоты борной: растворитель – количество растворителя**

- 1) вода
- 2) кипящая вода
- 3) глицерин
- 4) спирт
- А) 25 частей
- Б) 4 части
- В) 7 частей
- Г) 25 частей

**24. Количественное содержание натрия тетрабората в субстанции натрия тетрабората должно быть в пределах:**

- А) не менее 80,0% и не более 100,0%
- Б) не менее 95,5% и не более 100,5%
- В) не менее 99,0% и не более 100,5%
- Г) не менее 99,5% и не более 103,0%
- Д) не менее 99,5% и не более 100,5%

**25. Количественное содержание борной кислоты в субстанции борной кислоты должно быть в пределах:**

- А) не менее 80,0% и не более 100,0%
- Б) не менее 95,5% и не более 100,5%
- В) не менее 99,0% и не более 100,5%
- Г) не менее 99,5% и не более 103,0%
- Д) не менее 99,5% и не более 100,5%

## ПРИЛОЖЕНИЕ № 3

### Boric Acid

Browse: British Pharmacopoeia 2009

British Pharmacopoeia Volume I & II

Monographs: Medicinal and Pharmaceutical Substances

Boric Acid

### Boric Acid

General Notices

(*Ph Eur monograph 0001*)

$\text{H}_3\text{BO}_3$  61.8

10043-35-3

Ph Eur

### DEFINITION

#### Content

99.0 per cent to 100.5 per cent.

### CHARACTERS

#### Appearance

White or almost white, crystalline powder, colourless, shiny plates greasy to the touch, or white or almost white crystals.

#### Solubility

Soluble in water and in ethanol (96 per cent), freely soluble in boiling water and in glycerol (85 per cent).

### IDENTIFICATION

A. Dissolve 0.1 g by gently heating in 5 ml of *methanol R*, add 0.1 ml of *sulphuric acid R* and ignite the solution. The flame has a green border.

B. Solution S (see Tests) is acid (2.2.4).

### TESTS

#### Solution S

Dissolve 3.3 g in 80 ml of boiling *distilled water R*, cool and dilute to 100 ml with *carbon dioxide-free water R* prepared from *distilled water R*.

#### Appearance of solution

Solution S is clear (2.2.1) and colourless (2.2.2, *Method II*).

#### pH (2.2.3)

3.8 to 4.8 for solution S.

Solubility in ethanol (96 per cent)

The solution is not more opalescent than reference suspension II (2.2.1) and is colourless (2.2.2, *Method II*).

Dissolve 1.0 g in 10 ml of boiling *ethanol (96 per cent) R*.

**Organic matter**

It does not darken on progressive heating to dull redness.

**Sulphates (2.4.13)**

Maximum 450 ppm.

Dilute 10 ml of solution S to 15 ml with *distilled water R*.

**Heavy metals (2.4.8)**

Maximum 15 ppm.

12 ml of solution S complies with test A. Prepare the reference solution using a mixture of 2.5 ml of *lead standard solution (2 ppm Pb) R* and 7.5 ml of *water R*.

**ASSAY**

Dissolve 1.000 g with heating in 100 ml of *water R* containing 15 g of *mannitol R*. Titrate with 1 M *sodium hydroxide*, using 0.5 ml of *phenolphthalein solution R* as indicator, until a pink colour is obtained.

1 ml of 1 M *sodium hydroxide* is equivalent to 61.8 mg of  $\text{H}_3\text{BO}_3$ .

**4. Тема: «Теоретический зачет. Общие реакции на подлинность неорганических лекарственных препаратов по катионам и анионам. Фармакопейный анализ препаратов: водорода пероксида, натрия тиосульфата и натрия нитрита. Йодометрия. Перманганатометрия. Фармакопейный анализ препаратов: натрия тетрабората и борной кислоты. Метод КОТ. Лекционный материал» (занятие № 13)**

#### **4.1. Методические указания для студентов**

##### **4.1.1. Самоподготовка к занятию.**

**4.1.1.1.** В процессе самоподготовки необходимо изучить:

- теоретический материал данной методички занятия № 10-12;
- материал лекций.

##### **4.1.1.2. План самоподготовки:**

Для овладения указанными знаниями студент должен изучить:

- материал лекций;
- теоретический материал данной методички занятия № 10-12;
- разделы рекомендуемой литературы.

##### **4.1.1.3. Рекомендуемая литература:**

###### **А) Обязательная:**

1. Беликов В.Г. Фармацевтическая химия. В 2 ч.: Ч.1. Общая фармацевтическая химия; Ч.2. Специальная фармацевтическая химия: Учеб. для вузов. – Пенза, 2003.
2. Лабораторные работы по фармацевтической химии: Учебное пособие/Беликов В.Г., Вергейчик Е.Н., Компанцева Е.В., Куль И.Я., Лукьянчикова Г.И., Саушкина А.С., Тираспольская С.Г./под ред. Е.Н. Вергейчика, Е.В. Компанцевой. – 2-е изд., перераб. и доп. – Пенза, 2003.
3. Государственная фармакопея СССР, 11-е изд. Вып. 1. Общие методы анализа. - М.: Медицина, 1987.
4. Государственная фармакопея РФ XII/"Издательство "Научный центр экспертизы средств медицинского применения", 2008.

###### **Б) Дополнительная:**

1. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии: Учебн. литерат. для студентов фармац. вузов и факультетов. / А.П. Арзамасцев, Э.Н. Аксенова, О.П. Андрианова и др. – М.: Медицина, 2001.



2. Арзамасцев А.П. Фармакопейный анализ. – М.: Медицина, 1971.

**4.1.1.4. Контрольные вопросы:** смотрите контрольные вопросы занятий № 10-12.

**4.1.2. Работа на занятии.**

**4.1.2.1. Объекты исследования:** нет

**4.1.2.2. Цель занятия:** изучить качество усвоения теоретического лекционного материала и практических занятий (занятия № 10-12)

**4.1.2.3. План занятия:**

- Проверка подготовленности к зачету путем проведение контроля: по билетам (**приложение № 1 и № 3**);

по тестовым заданиям (**приложение № 2**).

- Коррекция исходного уровня знаний студентов и постановка задач.

**4.1.2.4. Итоговый контроль:**

Подведение итогов со студентами группы по результатам билетов входного контроля и тестовым заданиям с целью корректировки знаний.

## **ПРИЛОЖЕНИЕ**

### **ПРИЛОЖЕНИЕ № 1**

#### **ПРИМЕРЫ БИЛЕТОВ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ КОНТРОЛЯ ПО БЛОКУ № 3**

##### **Билет 1**

1. Приведите методику, уравнения реакций установления подлинности следующих анионов/катионов: ион натрия, хлорид-ион, сульфат-ион. Укажите аналитические эффекты данных реакций. Приведите формулу расчета и расчет навески соли для приготовления раствора с целью проведения реакции подлинности на анион/катион. Приведите пример.

2. Какими химическими реакциями можно доказать подлинность натрия нитрита. Напишите уравнения химических реакций.

3. Приведите методику количественного определения борной кислоты. Напишите уравнение реакции, индикатор, переход окраски индикатора, фактор эквивалентности. Приведите алгоритм расчета количественного содержания данного вещества.

4. Перманганатометрия (понятие, условия проведения, фиксация КТТ).

5. Метод КОТ (понятие, классификация).

## Билет 2

1. Приведите методику, уравнения реакций установления подлинности следующих анионов/катионов: ион калия, бромид-ион, иодид-ион. Укажите аналитические эффекты данных реакций. Приведите формулу расчета и расчет навески соли для приготовления раствора с целью проведения реакции подлинности на анион/катион. Приведите пример.

2. Какими химическими реакциями можно доказать подлинность натрия тиосульфата. Напишите уравнения химических реакций.

3. Приведите методику количественного определения натрия тетрабората. Напишите уравнение реакции, индикатор, переход окраски индикатора, фактор эквивалентности. Приведите алгоритм расчета количественного содержания данного вещества в ЛП, а также формулы расчета каждой величины с пояснениями.

4. Йодометрия (понятие, условия проведения, фиксация КТТ).

5. Метод КОТ (понятие, классификация).

## ПРИЛОЖЕНИЕ № 2

### Пример тестового варианта и тестовых заданий на итоговый контроль по блоку 3

1. Раствор бария хлорида является дифференцирующим реактивом для:

- А) бромид – иона
- Б) хлорид – иона
- В) бромид – иона
- Г) сульфит - иона
- Д) сульфат – иона

2. Арсенат ион в отличии от арсенит иона можно идентифицировать по образованию:

- А) белого творожистого осадка, растворимого в растворе аммиака;
- Б) белого творожистого осадка, нерастворимого в растворе аммиака;
- В) белого кристаллического осадка;
- Г) желтого творожистого осадка, трудно растворимого в растворе аммиака;
- Д) желтого творожистого осадка, легко растворимого в растворе аммиака

**3. Установите соответствие: определяемый ион – образующийся осадок при добавлении раствора серебра нитрата в присутствии кислоты азотной разведенной:**

- 1) иодид – ион
- 2) бромид – ион
- 3) хлорид – ион
- 4) фосфат – ион

А) желтый творожистый осадок, нерастворимый в растворе аммиака

Б) желтоватый творожистый осадок, трудно растворимый в растворе аммиака

В) белый творожистый осадок, растворимый в растворе аммиака

Г) желтый осадок, растворимый в кислоте азотной разведенной и растворе аммиака

**4. Хлорид-ионы обнаруживают:**

А) раствором серебра нитрата водным;

Б) раствором серебра нитрата в присутствии аммиака;

В) раствором серебра нитрата в присутствии кислоты азотной;

Г) раствором серебра нитрата в присутствии кислоты серной.

Д) раствором натрия нитрита

**5. Один из перечисленных ионов дает белый осадок с раствором бария хлорида в присутствии кислоты хлороводородной:**

А) нитрат-ион;

Б) сульфат-ион;

В) фосфат-ион;

Г) сульфид-ион

Д) сульфит – ион

**6. Синее окрашивание раствора в присутствии аммиака дает:**

А) ион серебра;

Б) ион цинка;

В) ион железа;

Г) ион меди.

Д) нитрит ион

**7. Розовая окраска калия перманганата исчезает:**

- А) в присутствии кислоты азотной;
- Б) в присутствии кислоты серной;
- В) в присутствии натрия сульфата и кислоты серной;
- Г) в присутствии натрия нитрита и кислоты серной.
- Д) в присутствии кислоты уксусной

**8. Ион аммония можно обнаружить:**

- А) раствором бария хлорида;
- Б) реактивом Несслера;
- В) раствором калия иодида;
- Г) раствором калия перманганата
- Д) раствором натрия гидроксида

**9. Отличить раствор гидрокарбоната натрия от раствора карбоната натрия можно по:**

- А) индикатору лакмусу
- Б) индикатору фенолфталеину
- В) индикатору метиловому красному
- Г) реакции с кислотой уксусной
- Д) реакции с минеральной кислотой

**10. Ион натрия можно обнаружить:**

- А) окрашиванием бесцветного пламени горелки в желтый цвет;
- Б) реактивом Несслера;
- В) раствором цинк – уранил – ацетата в присутствии уксусной кислоты;
- Г) раствором калия перманганата;
- Д) раствором натрия гидроксида

**11. Ион калия можно обнаружить:**

- А) окрашиванием бесцветного пламени горелки в желтый цвет;
- Б) окрашиванием бесцветного пламени горелки в фиолетовый цвет;
- В) раствором цинк – уранил – ацетата в присутствии уксусной кислоты;
- Г) раствором винной кислоты в присутствии натрия ацетата и спирта этилового 95%;
- Д) раствором натрия кобальтинитрита в присутствии уксусной разведенной кислоты.

**12. Раствор винной кислоты является дифференцирующим реактивом на:**

- А) ион серебра;
- Б) ион кальция;
- В) ион железа;
- Г) ион калия;
- Д) нитрит ион

**13. Соль кальция, смоченная кислотой хлористоводородной и внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в:**

- А) зеленый цвет
- Б) желтый цвет
- В) фиолетовый цвет
- Г) пурпурно – красный цвет
- Д) кирпично – красный цвет

**14. Соль натрия, смоченная кислотой хлористоводородной и внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в:**

- А) зеленый цвет
- Б) желтый цвет
- В) фиолетовый цвет
- Г) пурпурно – красный цвет
- Д) кирпично – красный цвет

**15. При добавлении к раствору цинка сульфата раствора натрия сульфида образуется:**

- А) зеленый осадок
- Б) желтый осадок
- В) черный осадок
- Г) белый осадок
- Д) красный осадок

**16. Раствор натрия гидроксида является дифференцирующим реактивом для:**

- А) иона ртути;
- Б) иона аммония;
- В) иона железа;
- Г) иона калия;
- Д) ион цинка

**17. Один из перечисленных ионов дает белый осадок с раствором аммония оксалата:**

- А) ион натрия;
- Б) ион калия;
- В) ион кальция;
- Г) ион аммония;
- Д) ион цинка

**18. Натрия тиосульфат используется в медицине в качестве:**

- А) детоксицирующего и десенсибилизирующего средства
- Б) рвотного средства
- В) противовоспалительного средства
- Г) иммуностимулирующего и иммуномодулирующего средства
- Д) желчегонного средства

**19. Химическая формула кристаллогидрата натрия тиосульфата:**

- А)  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$
- Б)  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
- В)  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- Г)  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- Д)  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

**20. Для натрия тиосульфата характерны:**

- А) окислительные свойства
- Б) восстановительные свойства
- В) как окислительные, так и восстановительные свойства

**21. Подлинность тиосульфат иона в натрия тиосульфате определяют по:**

- А) выделению серы и запаха от прибавления нескольких капель соляной кислоты;
- Б) образованию белого, а затем черного осадка от прибавления 4 мл 0,1М раствора серебра нитрата
- В) обесцвечиванию 0,1М раствора йода
- Г) взаимодействию с солями меди, железа и ртути
- Д) верно все

**22. Фармакопейный метод количественного определения натрия тиосульфата:**

- А) йодиметрия
- Б) йодометрия
- В) цериметрия
- Г) меркуриметрия
- Д) перманганатометрия

**23. Натрия нитрит представляет собой по показателю “Описание”**

- А) бесцветные прозрачные кристаллы без запаха, солоновато – горького вкуса
- Б) бесцветные прозрачные кристаллы с запахом сероводорода, солоновато – горького вкуса
- В) белый кристаллический порошок без запаха
- Г) белые или белые со слабым желтоватым оттенком кристаллы
- Д) белую аморфную массу

**24. Ион натрия в натрия нитрите можно обнаружить:**

- А) окрашиванием бесцветного пламени горелки в желтый цвет;
- Б) реактивом Несслера;
- В) раствором цинк – уранил – ацетата в присутствии уксусной кислоты;
- Г) раствором калия перманганата;
- Д) раствором натрия гидроксида

**25. Подлинность нитрит иона в натрия нитрите определяют по:**

- А) выделению серы и запаха от прибавления нескольких капель соляной кислоты;
- Б) образованию белого, а затем черного осадка от прибавления 4 мл 0,1М раствора серебра нитрата
- В) обесцвечиванию 0,1М раствора йода
- Г) взаимодействию с солями меди, железа и ртути
- Д) возникновению синего окрашивания при взаимодействии с раствором дифениламина в среде концентрированной серной кислоты

**26. Количественное определение натрия нитрита проводят с помощью метода:**

- А) йодиметрии
- Б) йодометрии
- В) обратной перманганатометрии
- Г) меркуриметрии
- Д) прямой перманганатометрии

**27. Для натрия нитрита характерны:**

- А) окислительные свойства
- Б) восстановительные свойства
- В) как окислительные, так и восстановительные свойства

**28. Подлинность нитрит иона в натрия нитрите определяют по:**

- А) возникновению синего окрашивания при взаимодействии с раствором дифениламина в среде концентрированной серной кислоты
- Б) возникновению зеленого окрашивания при взаимодействии в кислой среде с кристаллами антипирина
- В) по появлению пятна синего цвета на йодкрахмальной индикаторной бумаге
- Г) выделению желто-бурых паров при взаимодействии с серной кислотой
- Г) верно все

**29. В химическом отношении водорода перекись представляет собой:**

- А) очень слабую кислоту
- Б) сильную кислоту
- В) очень слабое основание
- Г) очень сильное основание
- Д) нет правильного ответа

**30. Водные растворы перекиси водорода имеют:**

- А) кислую реакцию
- Б) слабокислую реакцию
- В) щелочную реакцию
- Г) сильнощелочную реакцию
- Д) нет правильного ответа



**31. Лекарственный препарат “Раствор перекиси водорода” должен содержать:**

- А) 2,7 – 3,3% водорода перекиси
- Б) 8,2 – 9,8% водорода перекиси
- В) 7,7 – 8,3% водорода перекиси
- Г) 10,7 – 13,3% водорода перекиси
- Д) 1,7 – 2,8% водорода перекиси

**32. Одна таблетка гидроперита (1,5 г) соответствует:**

- А) 5 мл 3% раствора водорода перекиси
- Б) 10 мл 3% раствора водорода перекиси
- В) 15 мл 3% раствора водорода перекиси
- Г) 30 мл 3% раствора водорода перекиси
- Д) 100 мл 3% раствора водорода перекиси

**33. Раствор перекиси водорода применяют в качестве:**

- А) детоксицирующего и десенсибилизирующего средства
- Б) рвотного средства
- В) противовоспалительного средства
- Г) антисептического и дезодорирующего средства
- Д) желчегонного средства

**34. Натрия тетраборат представляет собой по показателю “Описание”**

- А) бесцветные прозрачные кристаллы без запаха, солоновато – горького вкуса
- Б) бесцветные прозрачные кристаллы с запахом сероводорода, солоновато – горького вкуса
- В) белый кристаллический порошок без запаха
- Г) белый или белый с желтоватым оттенком кристаллический порошок
- Д) бесцветные, прозрачные, легко выветривающиеся кристаллы или белый кристаллический порошок

**35. Натрия тетраборат согласно ГФ Х, Ст.440**

А) легко растворим в воде, практически не растворим в спирте, мало растворим в глицерине и хлороформе

Б) легко растворим в воде, мало растворим в спирте, не растворим в горячей воде

В) очень легко растворим в воде, не растворим в спирте, эфире, хлороформе

Г) растворим в воде, очень легко растворим в кипящей воде, практически не растворим в спирте, легко растворим в глицерине

Д) нет правильного ответа

**36. Натрия тетраборат используется в медицине в качестве:**

А) детоксицирующего и десенсибилизирующего средства

Б) антисептического средства

В) противовоспалительного средства

Г) иммуностимулирующего и иммуномодулирующего средства

Д) рвотного средства

**37. Химическая формула кристаллогидрата натрия тетрабората:**

А)  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$

Б)  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

В)  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Г)  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Д)  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

**38. Фармакопейный метод количественного определения натрия тетрабората:**

А) ацидиметрия

Б) алкалиметрия

В) цериметрия

Г) меркуриметрия

Д) перманганатометрия

**39. Количественное определение борной кислоты проводят с помощью метода:**

А) иодиметрии

Б) йодометрии

В) ацидиметрий

Г) меркуриметрии

Д) алкалиметрии

**40. Водные растворы борной кислоты имеют:**

- А) кислую реакцию
- Б) слабокислую реакцию
- В) щелочную реакцию
- Г) сильнощелочную реакцию
- Д) нет правильного ответа

**41. Подлинность борной кислоты можно доказать по:**

- А) образованию стеклообразной массы при прокаливании
- Б) образованию эфира, который горит пламенем с характерной зеленой каймой
- В) образованию розового пятна на куркуминовой бумаге
- Г) верно все
- Д) нет правильного ответа

**42. Химическая формула борной кислоты:**

- А)  $H_2B_4O_7$
- Б)  $H_3B_2O_7$
- В)  $H_2BO_3$
- Г)  $HBO_3$
- Д)  $H_3BO_3$

**43. Спиртовой раствор кислоты борной горит пламенем окаймленным:**

- А) желтым цветом
- Б) красным цветом
- В) зеленым цветом
- Г) пурпурно – красным цветом
- Д) карминно – красным цветом

**44. Укажите метод анализа, который используется для количественного определения натрия тетрабората по ГФ Х:**

- А) косвенная нейтрализация
- Б) ацидиметрия в водной среде
- В) алкалометрия
- Г) ацидиметрия в водно-глицериновой среде
- Д) аргентометрия

**45. Фактор эквивалентности натрия тетрабората при титровании кислотой хлористоводородной равен:**

- А) 1
- Б)  $1/2$
- В)  $1/4$
- Г) 2
- Д) 4

**46. Щелочную реакцию среды водного раствора имеют:**

- А) натрия хлорид
- Б) магния сульфат
- В) натрия тетраборат
- Г) натрия гидрокарбонат
- Д) нет правильного ответа

**47. Кислую реакцию среды водного раствора имеют:**

- А) натрия тетраборат
- Б) кислота хлористоводородная
- В) кальция хлорид
- Г) кислота борная
- Д) натрия хлорид

**48. Окрашивание хлороформного слоя в желто-бурый цвет в присутствии кислоты хлористоводородной разведенной и и раствора хлорамина характерно для:**

- А) карбонат - иона;
- Б) гидрокарбонат - иона;
- В) нитрат - иона;
- Г) хлорид - иона;
- Д) бромид – иона

**49. Бромид – ион в отличие от хлорид – иона образует с раствором серебра нитрата в присутствии кислоты азотной разведенной:**

- А) белый творожистый осадок, растворимый в растворе аммиака;
- Б) белый творожистый осадок, нерастворимый в растворе аммиака;
- В) белый кристаллический осадок;
- Г) желтый творожистый осадок, трудно растворимый в растворе аммиака;
- Д) желтый творожистый осадок, легко растворимый в растворе аммиака

**50. Раствор серебра нитрата в присутствии кислоты азотной разведенной является дифференцирующим реактивом для:**

- А) бромид – иона
- Б) хлорид – иона
- В) бромид – иона
- Г) фосфат – иона
- Д) верно все

## **ПРИЛОЖЕНИЕ № 3**

### **ПРИМЕРЫ ЗАДАЧ НА ЗАЧЕТ ПО БЛОКУ № 3**

#### **Задача № 1**

Приведите уравнения реакций количественного определения кислоты борной (М.м. = 61,83) методом нейтрализации, укажите индикатор (название, формулу, переход окраски в точке конца титрования). Рассчитайте молярную массу эквивалента, объем 0,1 моль/л раствора натрия гидроксида ( $K = 0,99$ ), который пойдет на титрование навески кислоты борной массой 0,2104 г. Как и почему проводят нейтрализацию глицерина? Когда вносят анализируемое лекарственное вещество в глицерин.

#### **Задача № 2**

Приведите уравнение реакции количественного определения натрия нитрита (М.м. = 69,0) методом перманганатометрии. Укажите индикатор, переход его окраски в точке конца титрования.

Рассчитайте молярную массу эквивалента, титр по определяемому веществу навеску натрия нитрита, чтобы на титрование пошло 20 мл 0,1 моль/л (УЧ  $1/5 \text{ KMnO}_4$ ) раствора калия перманганата ( $K = 1,01$ )

#### **Задача № 3**

Приведите уравнение реакции количественного определения пероксида водорода (М.м. = 34,01) методом перманганатометрии. Укажите индикатор, переход его окраски в точке конца титрования.

Рассчитайте молярную массу эквивалента, титр по определяемому веществу навеску 3,0% раствора пероксида водорода, чтобы на титрование пошло 5,0 мл 0,1 моль/л (УЧ  $1/5 \text{ KMnO}_4$ ) раствора калия перманганата ( $K = 1,02$ ).

#### Задача № 4

Рассчитайте навеску NaCl (М.м. = 58,44) которую необходимо взять для изготовления раствора при проведении реакции на ион натрия (А.м. = 23), если чувствительность реакции равна 0,01 г/мл.

#### Задача № 5

Рассчитайте навеску KI (М.м. = 166,01) которую необходимо взять для изготовления раствора при проведении реакции на ион калия (А.м. = 39,09), если чувствительность реакции равна 0,01 г/мл.

#### Задача № 6

Приведите уравнение реакций количественного определения натрия тиосульфата (М.м. = 248,20) методом иодиметрии. Укажите индикатор, переход его окраски в конечной точке титрования. Рассчитайте молярную массу эквивалента, титр по определяемому веществу, навеску натрия тиосульфата, чтобы на титрование пошло 15 мл 0,1 моль/л (УЧ  $\frac{1}{2}$  I<sub>2</sub>) раствора йода.

#### Задача № 7

Приведите уравнение реакции количественного определения натрия нитрита (М.м. = 69,0) методом перманганатометрии. Укажите индикатор, переход его окраски в точке конца титрования.

Рассчитайте содержание натрия нитрита (%), если навеску массой 0,9874 г довели водой до метки в мерной колбе вместимостью 100,0 мл. К аликвоте объемом 10,0 мл добавлено 40,0 мл 0,1 моль/л (УЧ  $\frac{1}{5}$  KMnO<sub>4</sub>) раствора калия перманганата (К = 1,00), на титрование избытка которого израсходовано 11,5 мл 0,1 моль/л раствора натрия тиосульфата (К = 0,98). На титрование контрольного опыта пошло 40,8 мл того же титранта.

#### Задача № 8

Приведите уравнение реакции количественного определения пероксида водорода (М.м. = 34,01) методом перманганатометрии. Укажите индикатор, переход его окраски в точке конца титрования.

Рассчитайте содержание пероксида водорода в препарате (%), если 10,0 мл анализируемого образца довели водой до метки в мерной колбе вместимостью 100,0 мл. На титрование 10,0 мл аликвоты полученного раствора пошло 18,9 мл 0,1 моль/л (УЧ  $\frac{1}{5}$  KMnO<sub>4</sub>) раствора калия перманганата (К = 0,98).

### Задача № 9

Приведите уравнения реакций количественного определения натрия тетрабората (М.м. = 381,37) методом нейтрализации, укажите индикатор (название, формулу, переход окраски в точке конца титрования). Рассчитайте молярную массу эквивалента, титр по определяемому веществу, навеску натрия тетрабората, чтобы на ее титрование пошло 20 мл 0,1 моль/л раствора хлористоводородной кислоты ( $K = 1,00$ ).

### Задача № 10

Приведите уравнения реакций количественного определения кислоты борной (М.м. = 61,83) методом нейтрализации, укажите индикатор (название, формулу, переход окраски в точке конца титрования). Рассчитайте молярную массу эквивалента, объем 0,1 моль/л раствора натрия гидроксида ( $K = 0,99$ ), который пойдет на титрование навески кислоты борной массой 0,2104 г. Как и почему проводят нейтрализацию глицерина? Когда вносят анализируемое лекарственное вещество в глицерин.

## Список использованной литературы

1. Беликов В.Г. Фармацевтическая химия. В 2 ч.: Ч.1. Общая фармацевтическая химия; Ч.2. Специальная фармацевтическая химия: Учеб. для вузов. – Пятигорск, 2003. – 720 с.
2. Фармацевтическая химия: учеб. пособие/под ред. А.П. Арзамасцева. – 3-е изд., испр. – М.: ГЭОТАР – Медиа, 2006. – 640 с.
3. Лабораторные работы по фармацевтической химии: Учебное пособие/Беликов В.Г., Вергейчик Е.Н., Компанцева Е.В., Куль И.Я., Лукьянчикова Г.И., Саушкина А.С., Тираспольская С.Г./под ред. Е.Н. Вергейчика, Е.В. Компанцевой. – 2-е изд., перераб. и доп. – Пятигорск, 2003. – с. 342.
4. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии: Учеб. пособие/Аксенова Э.Н., Андрианова О.П., Арзамасцев А.П. и др./Под ред. А.П. Арзамасцева. – 3-е изд., перераб. и доп. – М.: Медицина, 2001. – 384 с.
5. Саушкина А.С. Сборник задач по фармацевтической химии: Учебное пособие по фармацевтической химии для студентов фармацевтических вузов и фармацевтических факультетов медицинских вузов / Под ред. В.Г. Беликова. – Пятигорск: Изд-во ПятГФА, 2003. – 274 с.
6. Государственная фармакопея РФ XII/“Издательство “Научный центр экспертизы средств медицинского применения”, 2008. – 704 с.
7. Государственная фармакопея XI, в.1. – М.: Медицина, 1987.
8. Государственная фармакопея XI, в.2. – М.: Медицина, 1990.
9. Государственная фармакопея X. – М.: Медицина, 1968.
10. Общие фармакопейные методы анализа (избранные главы): Учеб. пособие/ Чекрышкина Л.А., Киселева А.А., Березина Е.С., Чиркова З.Г./ Под ред.Л.А. Чекрышкиной. – 2-е издание, дополненное – Пермь: Издательство ПГФА, 2008. – 65 с.
11. Практическое руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии для студентов III курса / Ярыгина Т.И., Визгунова О.Л., Дубовик В.А. и др. / Под ред.Л.М.Коркодиновой – Пермь: Издательство ПГФА, 2008. – 100 с.
12. Государственная фармакопея Украины.
13. USPC 2010
14. British Pharmacopoeia 2009
15. Типовые тестовые задания для итоговой государственной аттестации выпускников высших медицинских и фармацевтических учеб-



ных заведений по специальности 060108 (040500) “Фармация”/Под ред. А.П.Арзамасцева, П.Ф.Литвицкого.-5-е изд., перераб. и доп. – М.: ФГОУ “ВУНМЦ Росздрава”, 2009. – 224 с.

Методические указания и материалы по фармацевтической химии  
(для практических занятий № 10-13 у студентов 3 курса).

Составители:

Александр Юрьевич Петров  
Владимир Алексеевич Зырянов  
Михаил Юрьевич Кинев

Рекомендовано к изданию ЦМС в 2011 г.

Редактор В.В. Кривонищенко

Подписано в печать 25.12.2011. Формат 60×84/16

Усл.печ.л. 9,48

Тираж 100 Экз. Заказ № 1098

Отпечатано в ООО «Типография Для Вас»  
620026, г. Екатеринбург, ул. Сони Морозовой, д. 180, оф. 328  
Тел.: (343) 297-42-13

